

1. Scharakteryzuj obszary zastosowań badań nieniszczących w produkcji przemysłowej. [Damian H.]

Co to są badania nieniszczące?

Badania nieniszczące (NDT- Nondestructive Testing) to procesy sprawdzania, testowania lub oceny materiałów, komponentów lub podzespołów prowadzone w celu stwierdzenia nieciągłości struktury wewnętrznej lub powierzchni lub innych różnic w ich własnościach, wykonywane bez niszczenia części lub systemu. Innymi słowy, gdy kontrola lub badanie jest zakończone, to część lub podzespół mogą być nadal używane. Zastosowanie metod NDT umożliwia zapewnienie wysokiej jakości materiałów i procesów ich łączenia, stosowanych w trakcie wytwarzania i montażu elementów. Umożliwia doskonalenie kontroli i sprawia, że produkty w czasie ich użytkowania mają cechy niezbędne do zapewnienia ich użyteczności i bezpieczeństwa. Nie są jednak w stanie sprawdzić takich parametrów jak odporność na uderzenia, plastyczność, wytrzymałość na rozciąganie, odporność na pękanie i wytrzymałość na zmęczenie. Należy zauważyć, że w medycynie prowadzi się wiele działań i badań o podobnym charakterze jak NDT, to jednak w odniesieniu do nich nie używa się określenia "nieniszczącego badania".

OBSZARY ZASTOSOWAŃ BADAŃ NIENISZCZĄCYCH

1) Etap projektowania i badania

- a) Projektowanie, wykonanie prototypu
- b) Badanie prototypu
- c) Produkcja doświadczalna

2) Etap produkcji przemysłowej

- a) Badania materiałów wyjściowych
- b) Kontrola międzyoperacyjna
- c) Kontrola końcowego wyrobu

3) Etap eksploatacji

- a) Kontrola działania
- b) Okresowe przeglądy
- c) Naprawy, remonty

Metody nieniszczące dzielą się na:

- Kontrola wizualna
- Metoda cząsteczek magnetycznych
- Penetracja przez ciecze
- Test szczelności
- Badania z użyciem pól elektromagnetycznych Metoda prądów wirowych Metoda pomiaru w dalekim polu Metoda pomiaru prądu zmiennego pola Metoda wycieku strumienia magnetycznego
- Obrazowanie w podczerwieni
- Metody laserowe Badania holograficzne Profilometria laserowa Profilometr z optycznym układem chromatycznym.
- Metody radiacyjne
- Radiografia neutronowa
- Metody ultradźwiękowe
- Metoda emisji akustycznej
- Analiza drgań

2. Scharakteryzuj związki między fizycznymi i psychologicznymi parametrami fali dźwiękowej. [Damian H.]

Co to są fale akustyczne?

Fale akustyczne – mechaniczne fale przemieszczające się w ośrodku sprężystym (cieczy, gazie lub ciele stałym), przejawiające się jako zaburzenie gęstości (zmiany ciśnienia). Mają one charakter fal podłużnych, tzn. takich w których przemieszczenie cząsteczek ośrodka odbywa się w kierunku propagacji fali. Uwaga: w ciałach stałych mogą przemieszczać się również fale poprzeczne, natomiast po powierzchni ciał stałych i cieczy także fale powierzchniowe.

Fale akustyczne w fizyce

Ruch falowy jest opisany za pomocą równania falowego:

$$\frac{\partial^2 f}{\partial t^2} = v^2 \frac{\partial^2 f}{\partial x^2}$$

Jednym z rozwiązań równania jest płaska fala harmoniczna, której ogólną postać można przedstawić jako:

$$f(x, t) = A \sin(\omega t - kx + \varphi)$$

gdzie: ω to częstość kołowa, k to wektor falowy; φ jest fazą początkową, A jest amplitudą fali.

Droga fal akustycznych od ich wytworzenia do główek człowieczków

Źródłem dźwięku mogą być drgające obiekty (struna, membrana) lub strumień gazu lub cieczy wypływający z rury. Drgające w powietrzu ciało wprawia w ruch otaczające go cząsteczki powodując zagęszczenie i rozrzedzenie ośrodka. Tym zmianom gęstości towarzyszą zmiany ciśnienia, które rozprzestrzeniają się we wszystkich kierunkach jako fala akustyczna. Różnicę między chwilową wartością powstałego ciśnienia p , a ciśnieniem statycznym p_{stat} panującym w ośrodku przed generacją fali, nazywamy ciśnieniem akustycznym p_{ak} . Zmiany ciśnienia po zewnętrznej stronie membrany ucha wywołują jej ruch, który poprzez kosteczki słuchowe przenosi się do ucha wewnętrznego, gdzie dźwięki przetwarzane są na impulsy nerwowe przekazywane do mózgu.

Fale akustyczne w główkach człowieczków

1) Dźwięk – zakres fal akustycznych odbieranych przez zmysł słuchu człowieka.

przeciętny zakres słyszalności: 16 [Hz] ÷ 20[kHz]

dźwięki niesłyszalne przez człowieka o częstotliwości powyżej 20 [kHz], nazywane są infradźwiękami, natomiast o częstotliwości poniżej – ultradźwiękami 16 [Hz]

2) Częstotliwość.

a) Im wyższa częstotliwość fali, tym wyższy dźwięk słyszymy.

b) Ton - Składowa harmoniczna (dźwięk prosty) o określonej częstotliwości, amplitudzie i fazie. Może on być wytworzony przy pomocy kamertonu lub generatora elektroakustycznego. Wszystkie dźwięki można rozłożyć na tony. Można tego dokonać za pomocą analizy Fouriera.

3) Natężenie.

a) Zakres natężeń dźwięków między progiem słyszalności a progiem bólu jest bardzo szeroki i obejmuje 12 rzędów wielkości. Odczucie intensywności dźwięku – tzw. głośność - nie jest proporcjonalne do natężenia, ale w przybliżeniu do jego logarytmu. I tak dźwięk o częstotliwości 1000 Hz odczuwany jako dwa razy głośniejszy, posiada około 10 razy wyższe natężenie.

b) próg słyszalności dla 1 kHz wynosi: $I_0 = 10^{-12}$ [W/m²] próg bólu $I_0 = 1$ [W/m²]

4) Widmo.

a) Ludziki rozróżniają je jako „barwę” dźwięku.

b) te same dźwięki generowane przez różne instrumenty są rozróżniane, gdyż mają inną barwę (inny udział poszczególnych harmonicznych)

c) widmo dźwięku reprezentuje udział poszczególnych częstotliwości w dźwięku, np. poprzez wykres natężenia w funkcji częstotliwości

d) barwa dźwięku uzależniona jest od liczby, częstotliwości i natężenia tonów składowych; pozwala odróżnić brzmienia różnych instrumentów lub głosów

Niech dupą będzie w waszym gównu. ~Twoja stara

3. Omów dwie znane Ci nieniszczące metody badania materiałów oparte o wykorzystanie fal akustycznych. [Jakub B.]

Wykorzystanie w tym celu fal ultradźwiękowych (wysoka częstotliwość drgań). np.:

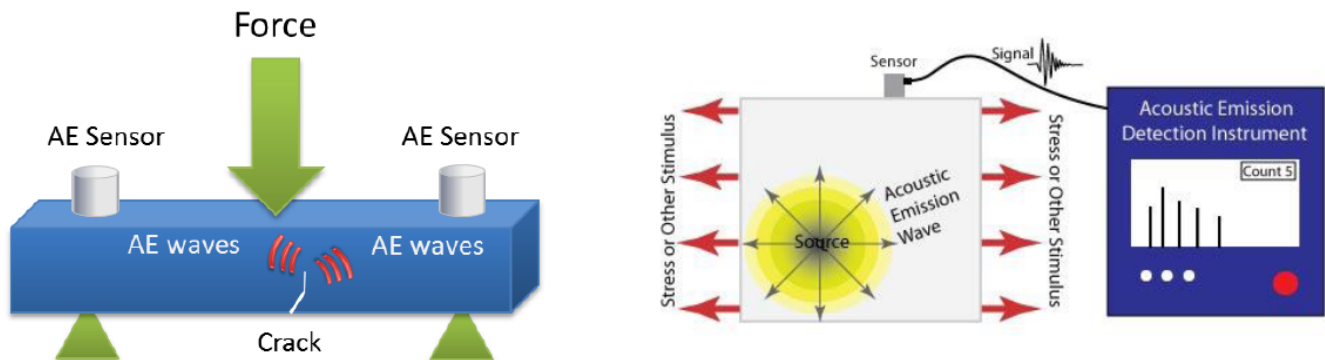
- Metoda cienia (transmisyjna):

Wymaga użycia dwóch przetworników i transmisji fali od jednego przetwornika do drugiego poprzez badany obszar materiału. Rejestrujemy wtedy natężenie fali przechodzącej przez materiał, a każda nieciągłość powoduje iż w rejestrowanym sygnale powstaje cień. (każda wada materiału powoduje odbicie lub osłabia fale). Nie daje nam jednak informacji gdzie dokładnie (na jakiej głębokości) znajduje się defekt. Nadaje się do badania przedmiotów o grubości maksymalnie 5 cm.

- Metoda echa (wykład)

- Metoda emisji akustycznej

W badanym elemencie "przykładamy" zewnętrzną siłę w badanym elemencie (siła ta wytwarza w elemencie naprężenia oraz dyslokacje). Po usunięciu zewnętrznej siły element powraca do swojego stanu początkowego, a co za tym idzie wewnątrz powstają minimalne drgania o wysokiej częstotliwości (na powierzchni mogą powstawać wybrzuszenia). Na powierzchni powinny znajdować się czujniki które będą rejestrować dane zmiany i pozwolą zlokalizować defekty lub też nieciągłości materiału. Siłę zewnętrzną możemy zastąpić nagłą zmianą temperatury lub też ciśnienia. (Rys prezentacja 2 slajd ostatni)



38

4. Jakie znasz metody badań nieniszczących wykorzystujące pola magnetyczne? [Jakub B.]

W metodzie do badania nieciągłości na powierzchni elementów ferromagnetycznych, tej używa się proszków ferromagnetycznych oraz pola magnetycznego pochodzącego od magnesu (lub też elektromagnesu).

Cząsteczki proszku ustawiają się wzdłuż linii pola magnetycznego, a więc największa ich ilość przypada w miejscu silnej zmiany pola magnetycznego. Pole magnetyczne przyłożone do materiału powoduje modyfikacje pola w obszarze nieciągłości w taki sposób iż tworzy się tam duży gradient pola. Jeżeli materiał jest wolny od wad linie te będą przebiegać bez zmian kierunku, jeśli natomiast w materiale jest wada w tym miejscu linie pola obrazowane przez proszek będą się odchylać. Jeżeli na powierzchni są zarysowania to proszek będzie się w nich oraz dookoła ich silnie gromadzić. Proszki te zazwyczaj są pokolorowane lub też mogą być fluorescencyjne co ułatwia badanie materiału.

Metoda jest szybka łatwa oraz nie niszczy materiału ani go nie brudzi. Wada: tylko dla materiałów ferromagnetycznych oraz konieczność wcześniejszego rozmagnesowania.

Metoda wycieku strumienia magnetycznego

Ponownie sposób badania materiału ferromagnetycznego. W urządzeniu znajduje się głowica z elektromagnesem która wytwarza pole magnetyczne oraz cewka która służy jako czujnik pola. Dodatkowym elementem jest przetwornik który monitoruje położenie głowicy. Całe urządzenie sprzężone jest z komputerem który analizuje prace urządzenia. Jeżeli w materiale znajdują się wada lub są odchyłki w grubościach są one rejestrowane przez sensor a komputer jest w stanie odtworzyć w którym miejscu znajdowała się wada.

5. Scharakteryzuj nieniszczące metody badań oparte o zastosowanie promieniowania jonizującego. [Kamil W.]

Promieniowanie jonizujące – promieniowanie unoszące dość energii, by zjonizować ośrodki, tj. oderwać elektron od atomu ośrodka lub wybić go ze struktury krystalicznej.

Rodzaje promieniowania jonizującego:

- α (jądra helu) [nie słyszałem, by było stosowane w pomiarach w przemyśle]
- β (elektrony/pozytony) [także nie słyszałem...]

- γ (promieniowanie elektromagnetyczne - fotony powyżej 100 keV – umowna granica) [wykorzystywane w pomiarach w przemyśle]
- X (promieniowanie elektromagnetyczne, rentgenowskie, fotony o energiach między 10 keV - 100 KeV – granice umowne) [wykorzystywane w pomiarach w przemyśle]
- neutrony [wykorzystywane w pomiarach w przemyśle]
- protony [używane raczej w celach medycznych, nie w pomiarach przemysłowych]

Promieniowanie jonizujące możemy podzielić na jonizujące pośrednio i bezpośrednie:

- bezpośrednio (α , β , protony) – cząstki składające się na promieniowanie same posiadają ładunek i jonizują głównie poprzez oddziaływania coulombowskie.
- Pośrednio (neutrony, γ , X) – cząstki składające się na promieniowanie nie posiadają ładunku, jonizują przez różne zjawiska prowadzące do jonizacji:
 - efekt Comptona (γ)
 - efekt fotoelektryczny (X)
 - kreacja par elektron-pozyton (γ)
 - aktywacja neutronowa (neutrony) – jądra atomowe przechwytyją neutron i wtedy: znajdują się w stanie wzbudzonym i relaksując (przechodząc do stanu podstawowego) emitują kwant γ – promieniowanie jonizujące stają się innym izotopem, często promieniotwórczym, który rozpadając się emituje oczywiście promieniowanie jonizujące

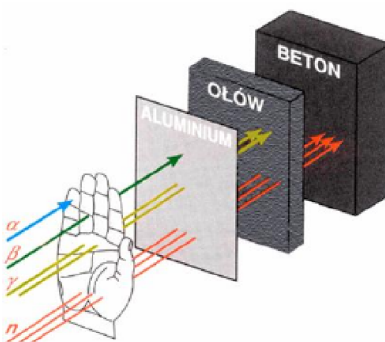
Promieniowanie absorbowane jest przez materiał zgodnie z zależnością:

$$I(d) = I_0 e^{-\mu d}$$

I – natężenie wiązki po przejściu przez materiał o grubości d , d – grubość materiału, przez który przechodzi wiązka, I_0 – początkowe natężenie wiązki (przed przejściem przez badany materiał), μ – współczynnik pochłaniania (zależny od materiału, dla danego materiału różny dla różnych rodzajów promieniowania oczywiście).

Przenikliwość promieniowania:

- α – bardzo mało przenikliwe – już kartka papieru zatrzymuje
- β – słabo przenikliwe – przeniknie dłoń, niezbyt grubą warstwę wody, zostanie całkowicie zatrzymana jednak przez cienką warstwę metalu, np. folię aluminiową
- X – przenikliwe, dość mocno pochłaniane przez metale, słabo przez wodę, szkło...
- γ – silnie przenikliwe, przenika ołów, beton też trochę – trzeba grubej warstwy ołowiu i betonu by je wytłumić
- neutrony – najbardziej przenikliwe z wymienionych, słabo tłumi je woda, słabo ołów, jako osłonę wykorzystuje się grube bloki betonu

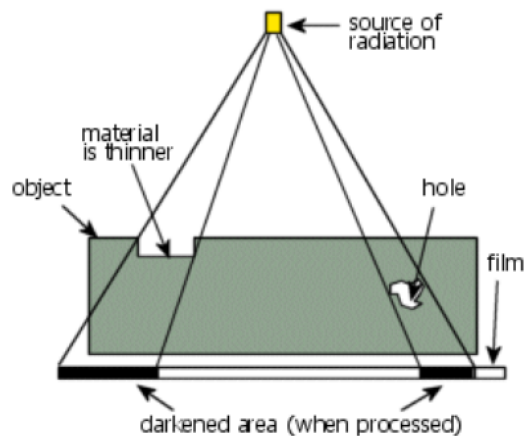


Na czym ogólnie polegają metody badań wykorzystujące promieniowanie jonizujące?

Na robieniu zdjęcia/obrazu na kliszy/matrycy CCD. Klisza co to jest każdy wie, matryca CCD to to samo co jest w aparacie cyfrowym.

Jeśli materiał prześwietlamy wiązką promieniowania, niejednorodności jak np. bąbel powietrza, albo wytrącenie ołowiu w stopie metalu powodują inną absorpcję promieniowania i na kliszy/matrycy otrzymamy różnicę zaciemnienia.

W badaniach nieniszczących wykorzystuje się promieniowanie jonizujące:



- radiografia cyfrowa (DR) – zamiast kliszy korzysta z matrycy CCD (Charge Coupled Device) lub matrycy CMOS (Complementary Metal-Oxide-Semiconductor). Obraz dostępny praktycznie od razu. Dobra rozdzielczość.
- tomografia komputerowa (CT) – jak DR, ALE porównywane jest wiele obrazów z różnych kierunków, a komputer na tej podstawie tworzy obraz 3D. Zalety:
 - możliwość badania materiałów o różnych właściwościach
 - dobra wykrywalność wad stanowiących ubytek grubości badanego obiektu do około 5%
 - trwały wynik badania w postaci radiogramu (??? tak jest w wykładzie Wrzalika napisane.. że niby zaletą pomiaru jest to, że mamy wynik – zdjęcie? Wow, ale zaleta, że pomiar daje wynik...)
 - obrazy 3D

Wady:

- wysokie koszty aparatury, badań
- ograniczona wykrywalność wad w elementach grubościennych o skomplikowanych rozmiarach
- brak wykrywalności płaskich wad równoległych do powierzchni
- wysokie reżimy bezpieczeństwa – BHP na 100%

radiografia neutronowa (NR) – jak DR, tylko z neutronami – bardziej przenikliwa wiązka. Wykorzystuje powolne neutrony (tzw. termiczne). Są one pochłaniane przez wodę, ze względu na sporą ilość wodoru. Obraz uzyskuje się nie bezpośrednio z matrycy, lecz z kliszy fluorescencyjnej. Kamera obserwuje kliszę. Też BHP na 100%



Ponadto są badania nieniszczące, ale wymagające pobrania próbek:

- spektroskopia rentgenowska – wykorzystuje promieniowanie X
- spektroskopia gamma – wykorzystuje promieniowanie γ

Badają one absorpcję promieniowania przez próbkę i na tej pozwalają zbadać ilościowo i jakościowo skład próbki – określić pierwiastki, jakie w niej występują oraz ich ilość. (wiadomix, było na labach z Duberem)

6. Jakże znasz metody nieniszczących badań materiałowych oparte o zastosowanie pól elektromagnetycznych? [Zbigniew G.]

7. Podstawy fizyczne metody oznaczania składu elementarnego (spektroskopia optyczna, XRF) [Kamil S.]

Fluorescencja rentgenowska (X - ray fluorescence = XRF) polega na wtórnej emisji promieniowania rentgenowskiego z materii, która została wzbudzona (np. przez zjawisko fotoelektryczne) za pomocą wysokoenergetycznego promieniowania. Metoda ta oparta jest na fakcie, iż każdy pierwiastek zawarty w analizowanej próbce, w skutek wzbudzenia rentgenowskiego emituje charakterystyczne dla siebie widmo.

Oddziaływanie promieniowania z materią

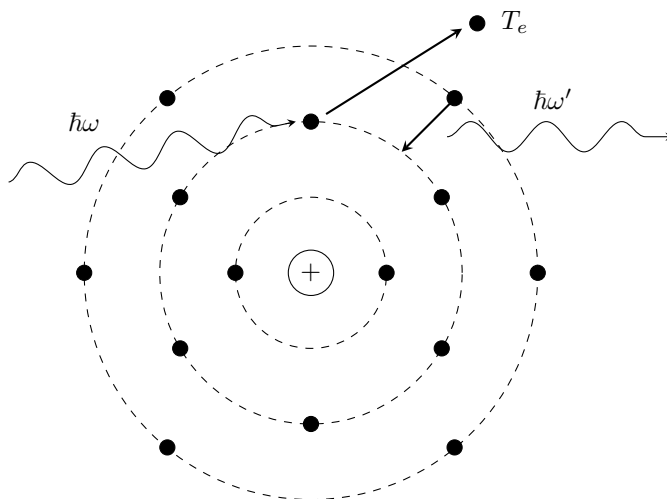
Promieniowanie jest zdolne do oddziaływania z elektronami, jak i jądrami oraz z ich polami elektrycznymi. Na skutek tego oddziaływania może dojść do elastycznego i nieelastycznego rozpraszania promieniowania lub do całkowitej jego absorpcji. Jednakże najbardziej prawdopodobnymi i znaczącymi są następujące trzy zjawiska (punktu widzenia naszego doświadczenia najistotniejszym jest efekt fotoelektryczny):

Zjawisko fotoelektryczne Kwant promieniowania elektromagnetycznego (np. promieniowania γ lub promieniowania X) padając na atom przekazuje całą swoją energię $\hbar\omega$ elektronowi z powłoki wewnętrznej. Elektron ten dzięki pozyskanej energii może opuścić atom pokonując energię wiązania E_B na orbicie. Jeżeli energia padającego kwantu jest większa niż E_B to pozostała jej część staje się energią kinetyczną T_e wybitego elektronu:

$$\hbar\omega = T_e + E_B$$

W miejsce wybitego elektronu spada elektron z wyższej orbity emitując jednocześnie kwant promieniowania o energii równej różnicy poziomów energetycznych obu orbit.

$$\hbar\omega' = E_i - E_f$$



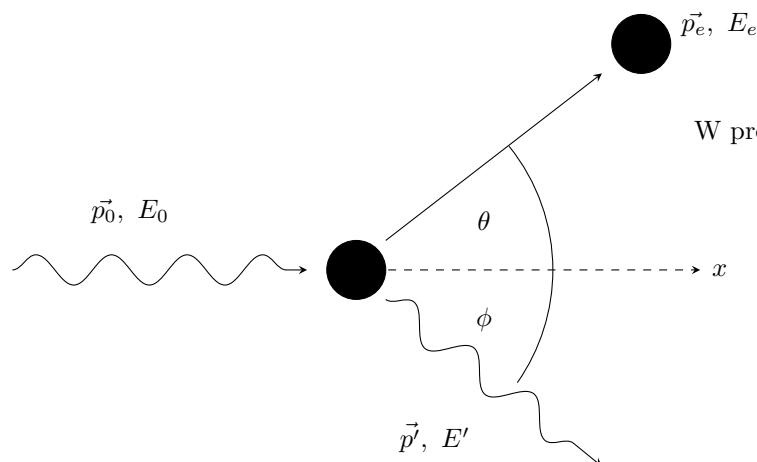
Linie emisyjne powstałe w skutek tego zjawiska są charakterystyczną cechą pierwiastków, więc doskonale nadają się do ich identyfikacji. Serie linii emisyjnych oznaczane są z powszechnie stosowaną symboliką odpowiednio: K, dla przejść na powłokę o głównej liczbie kwantowej $n=1$, L dla $n=2$, M dla $n=3$ itd. Linie widmowe dla poszczególnych przejść oznacza się symbolem serii i literą grecką α dla przejść o $\Delta n = 1$, β dla $\Delta n = 2$ itd. wraz z kolejnymi cyframi arabskimi. Jest to jeden ze sposobów uzyskania fluorescencji.

Rozpraszanie Comptona

Rozpraszanie Comptona polega na nieelastycznym rozpraszaniu kwantów γ na swobodnych elektronach (zakładamy, że elektrony z powłok zewnętrznych są swobodne, ponieważ $E_\gamma \gg E_B$). Na skutek tego zjawiska foton zmienia

swój kierunek ruchu jak i energię (tym samym długość fali). Foton traktujemy tutaj jako cząstek o energii i pędzie zdefiniowanych jako:

$$E_\gamma = \hbar\omega, \quad p_\gamma = \frac{\hbar\omega}{c}$$



W procesie tym muszą być spełnione zasada zachowania energii oraz pędu:

$$\begin{aligned} E_0 + m_0c^2 &= E_e + E' \\ p' \cos \phi + p_e \cos \theta &= p_0 \\ p_e \sin \theta &= p' \sin \phi \end{aligned}$$

Uzyskujemy zmianę długości fali kwantu γ daną wzorem:

$$\Delta\lambda = \lambda' - \lambda_0 = \frac{h}{m_0c}(1 - \cos\phi)$$

zmiana energii dana jest zależnością:

$$\frac{1}{E'} = \frac{1}{E_0} + \frac{1}{m_0c^2}(1 - \cos\phi)$$

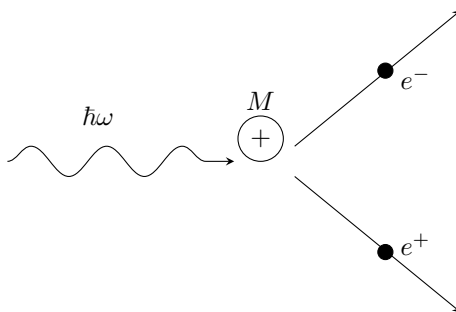
Kreacja pary cząstka - antycząstka

Kwant promieniowania γ może wykreować parę cząstek w postaci elektronu e^- i pozytonu e^+ , w polu kulombowskim elektronu lub jądra, jeżeli spełni warunek energetyczny:

$$\hbar\omega > 2m_0c^2 = 1.022 \text{ MeV}$$

Obecność dodatkowej cząstki jest konieczna ze względu na fakt, iż w układzie foton - para elektronów nie mogą być równocześnie spełnione prawa zachowania energii i pędu. Stosując oba prawa możemy uzyskać wzór na energię kwantu γ potrzebną do wytworzenia pary w pobliżu cząstki o masie M :

$$E_\gamma = 2m_0c^2 \left(1 + \frac{m_e}{M}\right)$$



Spektroskopia optyczna

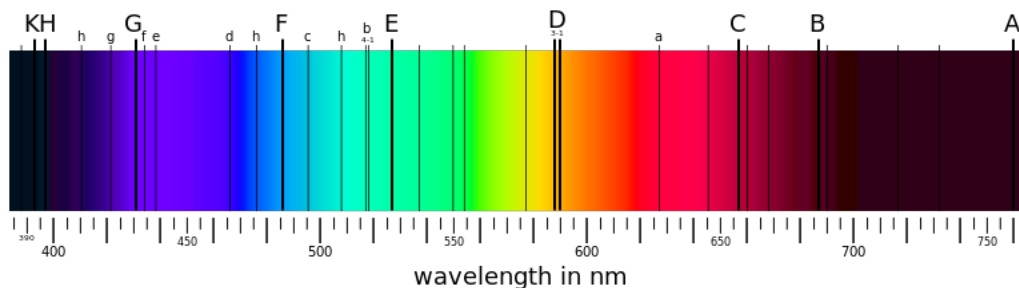
Do analizy składu możemy wykorzystać nie tylko promieniowanie w zakresie rentgenowskim, ale również światło z zakresu widzialnego. W celu otrzymania widma pierwiastka należy przez próbkę przepuścić światło białe lub spowodować jej wzbudzenie (łukiem elektrycznym, przykładając wysokie napięcie, spalając sole danego pierwiastka w palniku). Do wyjaśnienia powstawania widm możemy posłużyć się modelem atomu Bohra, na podstawie którego

wiemy że przejściu elektronu między orbitami towarzyszy wypromieniowanie energii równej różnicy energii tych dwóch orbitali:

$$\hbar\omega = E_i - E_f$$

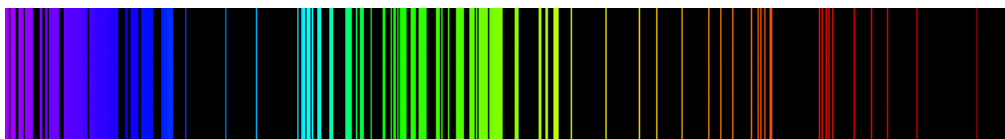
W zależności od sposobu powstania oraz wyglądu wyróżniamy następujące widma:

- Widma absorpcyjne - powstaje podczas przechodzenia promieniowania przez ośrodek, który to absorbuje jedynie fale o ściśle określonej energii, co związane jest z charakterystycznym ułożeniem poziomów energetycznych, na które mogą przechodzić elektrony tego ośrodka.



Rys. 1: Widmo absorpcyjne

- Widma emisyjne - powstaje na skutek wysyłania przez próbkę promieniowania. Badaną próbkę na początku wzbudza się np. łukiem elektrycznym, spalając w palniku itp. dzięki czemu elektrony przechodzą do wyższego stanu energetycznego, a następnie wracając do stanu podstawowego emitują ściśle określoną energię równą różnicy energii tych dwóch poziomów.



Rys. 2: Widmo emisyjne żelaza

- Widma ciągłe - ma postać ciągłego obszaru lub szerokich pasów. Charakterystyczne dla ciał stałych i cieczy.
- Widma liniowe - ma postać oddzielnych linii na pasku widmowym. Jest ono typowe dla gazów atomowych.
- Widma pasmowe - przypadek pośredni pomiędzy liniowym a ciągłym. Można je zaobserwować dla gazowych związków chemicznych. Pasma powstają tam na skutek zlewania się poszczególnych linii pochodzących od sąsiadujących ze sobą licznych poziomów energetycznych rotacyjno - oscylacyjnych.

8. Mikroskopia elektronowa (transmisyjna i skaningowa) [Kamil S.] Mikroskopia elektronowa

Zdolność rozdzielczą mikroskopu można przedstawić wzorem:

$$R = 0.61 \cdot \frac{\lambda}{A}$$

λ - długość fali promieniowania
 A - apertura mikroskopu

Chcąc uzyskiwać coraz to większe rozdzielczości koniecznym było znalezienie źródła fal o krótszych długościach. W 1924 de Broglie zapostulował dwoistą naturę korpuskularno - falową elektronów podając swój słynny wzór wiążący długość fali z pędem cząstki:

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

Podstawowym elementem mikroskopu elektronowego jest kolumna zawierająca źródło elektronów (np. wolfram, dioda z emisją polową). Wstępnie ukształtowana wiązka elektronów zostaje rozprzeczona w obszarze między katodą a anodą uzyskując energię:

$$E = eU$$

Obecność wysokiej próżni w kolumnie pozwala na swobodne poruszanie się elektronów od diody do ekranu. Wiązka po drodze do próbki przechodzi przez szereg soczewek magnetycznych i kolimatorów, które ją kształtują oraz pozwalają na płynną zmianę jej biegu. Następnie wiązka elektronów pada na próbkę oddziałując z jej materią. Elektrony, które przeszły przez próbkę są skupiane przez układ soczewek i trafiają na detektor.

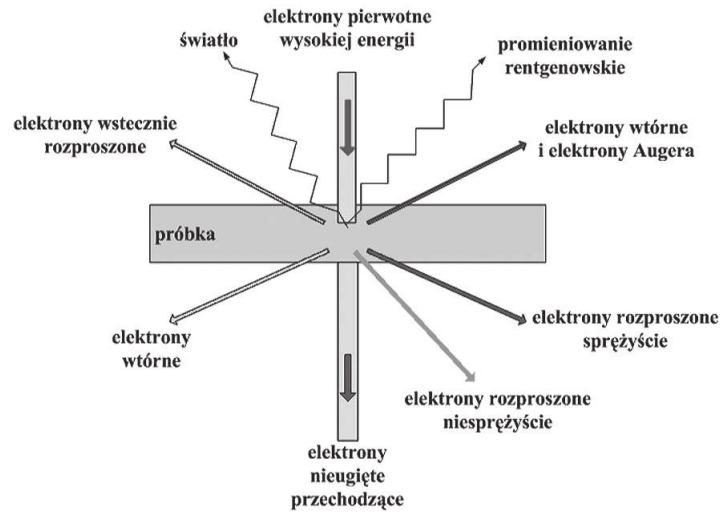
Oddziaływanie elektronów z próbką

Elektrony padające na próbkę zderzają się z jej atomami, w wyniku czego tracą energię kinetyczną, ulegają pochłonięciu, odbiciu lub powodują emisję promieniowania. Większość energii zamieniana jest jednak na ciepło (wraz ze wzrostem liczby atomowej maleje liczba elektronów pochłoniętych, a rośnie odbitych). W wyniku oddziaływania elektronów pierwotnych z próbką emitowane są różne rodzaje elektronów oraz promieniowania, które wykorzystuje się w analizie składu oraz do tworzenia obrazu:

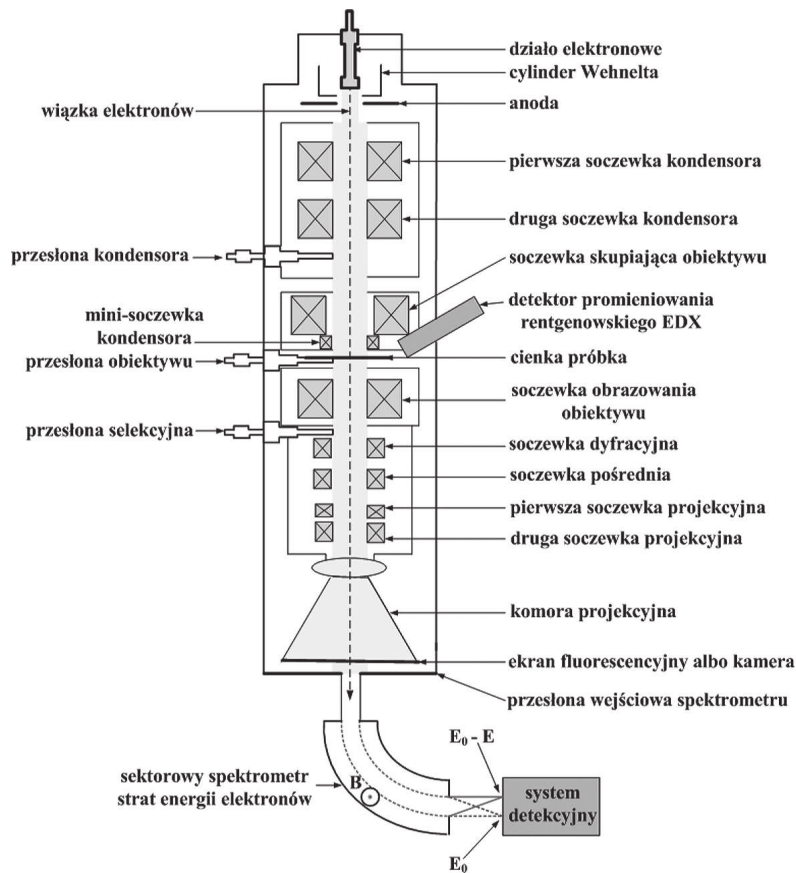
- **Elektrony wtórne (SE - Secondary Electrons)** - w dużym stopniu są to elektrony, pochodzące z atomów występujących blisko powierzchni ciała stałego, wyemitowane w wyniku zderzeń z elektronami wiązki pierwotnej. Elektronami wtórnymi mogą być także elektrony pierwotne, które straciły całą energię przy rozpraszaniu i wydostały się z powierzchni. Ich gęstość (liczba wyemitowanych przez elektron pierwotny), zależy od napięcia przyspieszającego.
- **Elektrony wstecznie rozproszone (BSE - Backscattered Electrons)** - to elektrony pierwotne ulegające odbiciu sprężystemu od jąder atomowych próbki i opuszczające powierzchnię oddziaływania z niewielką zmianą energii kinetycznej. Wydajność tych elektronów η nie zależy od napięcia przyspieszającego i jest niewielka w stosunku do gęstości. Podobnie jak poprzednicy (elektrony wtórne) wykorzystuje się je również do tworzenia obrazu w SEM, gdyż η jest silnie powiązane z liczbą atomową Z . Dlatego też w celu rozróżnienia faz różniących się liczbą atomową, stosuje się technikę obrazowania z elektronami wstecznie rozproszonymi BSE.
- **Elektrony Augera i promieniowanie rentgenowskie** - elektrony Augera generowane są z niewielkiej głębokości próbki. Wiązka pierwotna powoduje wzbudzenie atomu przez wybitego elektronu z powłoki wewnętrznej, po czym powraca on do stanu równowagi na skutek przeskoku elektronu z poziomu o wyższej energii na wolne miejsce na powłoce wewnętrznej. Podczas tego zjawiska uwalniany jest nadmiar energii (ΔE) związany z różnicą energii między poziomami energetycznymi elektronów. Wyemitowana różnica energii może przyczynić się do emisji nisko energetycznych (100-1000 eV) elektronów Augera (z poziomów zewnętrznych), promieniowania rentgenowskiego bądź fotonów światła widzialnego o długości fali $\lambda = hc/\Delta E$. Elektrony Augera są bardzo ważne w analizie składu chemicznego warstw powierzchniowych. Charakterystyczne dla danego pierwiastka energia i długość fali promieniowania rentgenowskiego, są również wykorzystywane do analizy składu chemicznego.

W zależności od tego, które z oddziaływań chcemy wykorzystać do obrazowania i detekcji możemy wyróżnić dwa podstawowe rodzaje mikroskopów elektronowych:

- **Transmisyjny mikroskop elektronowy (TEM)** - przyrząd stosowany w celu prześwietlania próbki za pomocą wytworzonej w nim i odpowiednio uformowanej wiązki elektronów. Wewnątrz kolumny znajduje się źródło elektronów, szereg urządzeń formujących wiązkę, ekran, miejsce do umieszczania próbek, czy urządzenie rejestrujące obrazy. Dodatkowo wszystko dopełniają układy wysokiego napięcia oraz próżniowy. W związku z faktem, iż interesują nas głównie elektrony, które przeszły przez badany materiał to próbki wykorzystywane w TEM powinny być cienkimi warstwami. W takich cienkich warstwach energia elektronów przechodzących jest wytracana podczas oddziaływań z elektronami próbki (rozpraszanie nieelastyczne) bądź nie zmieniając swojej energii elektrony pierwotne zmieniają kierunek lotu w wyniku oddziaływania z jądrami (oddziaływanie elastyczne). W przypadku rozpraszania nieelastycznego, jego intensywność uzależniona jest od składu chemicznego, gęstości i grubości próbki.



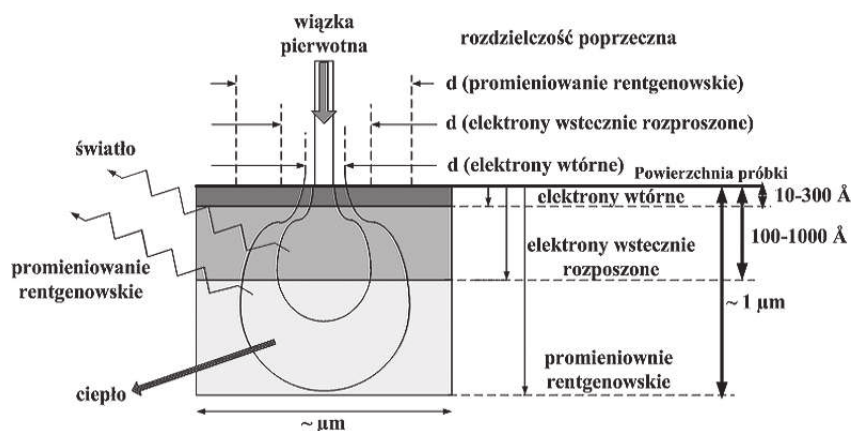
Rys. 3: Schemat przedstawiający oddziaływanie elektronu z materią w przypadku cienkiej próbki



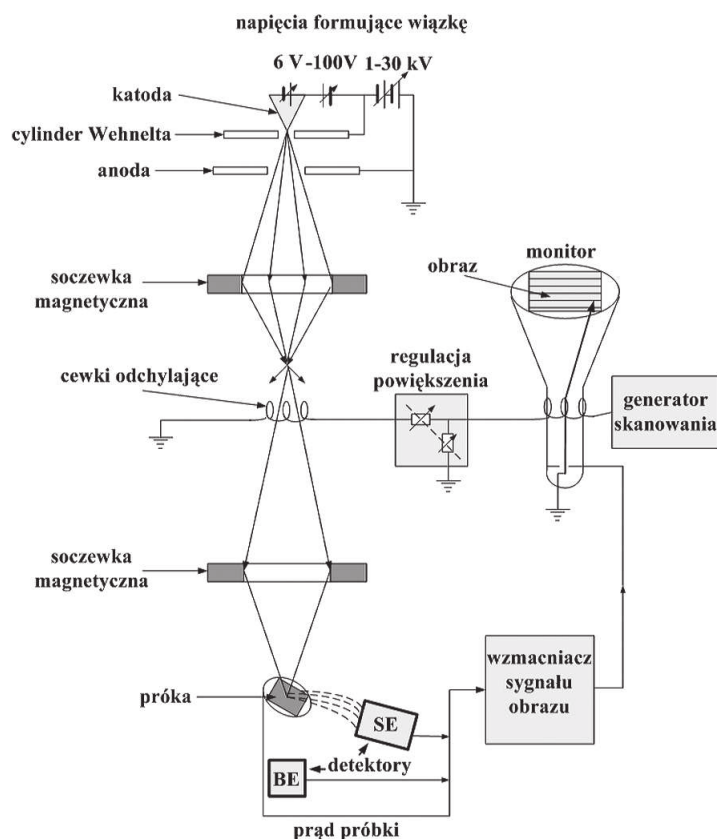
Rys. 4: Schemat budowy transmisyjnego mikroskopu elektronowego

- **Skaningowy mikroskop elektronowy (SEM)** - przyrząd pozwalający na obrazowanie powierzchni badanych próbek. Jego idea polega na skanowaniu powierzchni próbki nanometrową wiązką elektronów uformowaną przez elektrono - optyczny układ mikroskopu. Sygnał z powierzchni próbki, zazwyczaj w postaci elektronów wtórnych albo odbitych, dociera do detektora, którego najważniejszymi częściami są scyntylator i fotopowielacz. Część elektronów z wiązki pierwotnej ulegają rozproszeniu wstecznemu (sprężyste rozpraszanie) blisko powierzchni próbki, emitując sygnał tzw. elektronów odbitych (BSE). Reszta rozprasza się niesprężysto przez powierzchniowe warstwy atomów, podczas czego emitowany jest najważniejszy w skaningowej metodzie sygnał pochodzący od nisko - energetycznych elektronów wtórnych. Elektrony te są szczególnie czułe na topografię powierzchni próbki. Stosowane w SEM próbki nie muszą być tak cienkie jak w przypadku TEM, a przez to ich

przygotowanie nie jest skomplikowane.



Rys. 5: Schemat oddziaływania elektronów z materiałem w grubej próbce



Rys. 6: Schemat budowy skaningowego mikroskopu elektronowego

9. Definicje podstawowych jednostek układu SI [Andrzej W.]

Układ SI definiuje siedem jednostek miary jako podstawowy zbiór z których tworzone są jednostki pochodne. Te podstawowe jednostki i ich fizyczna wielkość to:

- metr – długość
- kilogram – masa (uwaga: nie gram)
- sekunda – czas
- amper – prąd elektryczny
- kelwin – temperatura

- kandela – światłość
- mol – liczność materii

Definicje podstawowych jednostek:

nazwa	symbol	wielkość	def. współczesna	def. historyczna
metr	m	długość	odległość, jaką pokonuje światło w próżni w czasie $1/299\,792\,458$ s.	$\frac{1}{10^7}$ długości mierzonej wzdłuż południka paryskiego od równika do bieguna.
kilogram	kg	masa	masa międzynarodowego wzorca kilograma	Masa jednego litra wody.
sekunda	s	czas	czas równy 9 192 631 770 okresom promieniowania odpowiadającego przejściu między dwoma poziomami $F = 3$ i $F = 4$ struktury nadsubtelnej stanu podstawowego $^2S_{1/2}$ atomu cezu ^{133}Cs (w spoczynku w temperaturze 0 K)	sekunda to $1/(24 \cdot 60 \cdot 60)$ doby
amper	A	prąd elek.	natężenie prądu elektrycznego, który płynąc w dwóch równoległych, prostoliniowych, nieskończenie długich przewodach, umieszczonych w próżni w odległości 1 m od siebie, spowodowałby wzajemne oddziaływanie przewodów na siebie z siłą równą $2 \cdot 10^{-7}$ N	zdef. elektrochemicznie jako prąd potrzebny do wytrącenia 1.118 [mg] srebra na [s] z roztworu azotanu srebra. W porównaniu do obecnej definicji, różnica wynosi 0,015%.
kelwin	K	temperatura	jeden kelwin to jednostka temperatury równa $1/273,16$ temperatury termodynamicznej punktu potrójnego wody.” (woda: 0,00015576 mola ^2H na jeden mol ^1H , 0,0003799 mola ^{17}O na jeden mol ^{16}O i 0,0020052 mola ^{18}O na jeden mol ^{16}O)	Skala Celsjusza: skala Kelvina opiera się na skali Celsjusza, lecz jest skalą termodynamiczną (0 K to zero bezwzględne).
mol	mol	liczność materii	liczność materii układu, zawierającego liczbę cząstek równą liczbie atomów zawartych w dokładnie 0,012 kg izotopu węgla ^{12}C . W definicji zakłada się, że węgiel jest w stanie niezwiązanym chemicznie, w spoczynku, a jego atomy nie znajdują się w stanie wzbudzenia.”	Masa cząsteczkowa podzielona przez 1 g/mol.
kandela	cd	światłość	światłość z jaką świeci w określonym kierunku źródło emitujące promieniowanie monochromatyczne o częstotliwości $5,4 \cdot 10^{14}$ Hz i wydajności energetycznej w tym kierunku równej $(1/683)$ [W] na [srad]	Wcześniejszą jednostką światłości była świeca.

10. Podstawowe fakty historyczne związane ze współpracą międzynarodową w zakresie ustalenia jednolitych jednostek miar. [Andrzej W.]

I Generalna Konferencja Miar z 26 września 1889 r. ustaliła (obowiązującą do 1960 r.) **definicję metra** jako odległości w temperaturze 0°C i przy normalnym ciśnieniu atmosferycznym między dwiema głównymi kreskami na **platynowoirydowym wzorcu**, złożonym w Międzynarodowym Biurze Miar w Sèvres pod Paryżem, oraz (nadal obowiązującą) **definicję i wzorzec kilograma**.

IX Generalna Konferencja Miar w 1948 r. rozpisała ankietę dotyczącą wprowadzenia nowego układu miar po szeregu krytycznych studiów na temat dotychczasowego (niedoprecyzowanego) układu (w szczególności miano wybrać czwartą jednostkę podstawową, dla pomiaru wielkości elektrycznych, spośród sześciu zaproponowanych). Wprowadziła (nadal obowiązującą) **definicję ampera**, jako jednej z proponowanych w ankiecie jednostek. Ustaliła (obowiązującą do 1979 r., z drobną poprawką) definicję kandel.

X Generalna Konferencja Miar w 1954 r. ustanowiła sześć jednostek podstawowych (metr, kilogram, sekunda, amper, kandela, stopień Kelvina), i przyjęła zasadę spójności układu jednostek podstawowych. Wybrała amper, jako elektryczną jednostkę podstawową. Ustaliła (nadal obowiązującą, z późniejszą poprawką) definicję stopnia Kelvina (nazwa zmieniona w 1967 r.). Wprowadziła definicję jednostki ciśnienia – atmosfery fizycznej.

XI Generalna Konferencja Miar w Paryżu w październiku 1960 r. ustanowiła ostatecznie międzynarodowy układ jednostek, wprowadzając dlań **skrót SI** (Système International d’Unités). Zatwierdziła (obowiązującą do 1967 r.)

definicję sekundy, używaną obecnie tylko dla celów astronomicznych jako $1/31\,556\,925,9747$ część roku zwrotnikowego 1900 stycznia 0 godzina 12:00, czasu efemeryd. Przyjęła nową (obowiązującą do 1983 r.) definicję metra jako długości równej $1\,659\,763,73$ długości fali promieniowania w próżni odpowiadającego przejściu między poziomami $2p^{10}$ a $5d^5$ atomu ^{86}Kr . **Oficjalnie wprowadzono przedrostki.**

XIII Generalna Konferencja Miar w październiku 1967 r. wprowadziła nową nazwę jednostki temperatury – kelwin i drobną poprawkę w jej definicji. Przyjęła nową (obecnie obowiązującą) definicję sekundy, opartą na wzorcu odtwarzalnym w warunkach laboratoryjnych. Wprowadziła przeliczenie jednostki ciśnienia atmosfery fizycznej na jednostki SI. Wprowadziła drobną poprawkę w definicji kandeli, uwzględniającą to przeliczenie.

XIV Generalna Konferencja Miar w październiku 1971 r. wprowadziła do układu SI, jako jego siódmą jednostkę podstawową, jednostkę ilości (liczności) substancji **mol**, i przyjęła jej (obecnie obowiązującą) definicję. Zatwierdziła nową nazwę jednostki ciśnienia – paskal.

XVI Generalna Konferencja Miar w październiku 1979 r. przyjęła **nową (obecnie obowiązującą) definicję kandel.**

XVII Generalna Konferencja Miar w październiku 1983 r. przyjęła (21 X) **nową (obecnie obowiązującą) definicję metra.**

11. Z jakimi metodami fizycznymi zapoznałeś się przy badaniu materiałów węglowo- grafitowych (SGL-Racibórz) [Kamil W.]

Najpierw laboratorium otrzymuje próbkę antracytu. Przygotowuje się ją do badań mikroskopem optycznym: zalewa żywicą, rozcina, poleruje. Ale mikroskop nie jest transmisyjny, tylko odbiciowy. Ponadto wykorzystuje się polaryzatory. Mamy więc **mikroskopię optyczną**, tylko taką ciekawszą: odbiciową ze spolaryzowanym światłem. Widać m.in. anizotropowość antracytu.

Kiedy antracyt zostanie dobrze zarekomendowany, produkuje się próbkę, potem produkcja pilotażowa, a na końcu normalna produkcja dalsze metody dotyczą produkcji.

Porowatość próbki mierzy się porozymetrem. Mamy więc **porozymetrię** rtęciową i helową – polega na pomiarze objętości rtęci/helu, jaka wypełnia pory, w zależności od ciśnienia. Porowatość definiuje się jako:

$$P = \frac{V_p}{V_p + V_s}$$

gdzie V_p to objętość porów, a V_s to objętość materiału stałego. UWAGA: metoda nie mierzy porów zamkniętych tylko otwarte – „wychodzące na powierzchnię”.

W przypadku porozymetrii rtęciowej: ciśnienie, by rtęć wniknęła w pory musi być większe niż ciśnienie par w porach. Ponadto rtęć nie zwilża materiałów węglowych – tworzy się menisk wypukły. Głębokość wnikania w pory zależy (ze względu na menisk) od ciśnienia i szerokości poru. By zminimalizować ciśnienie par w porach, co umożliwi głębszą ich penetrację, próbkę na początku się odgazowuje – umieszcza w zbiorniku gdzie panuje podciśnienie – powietrze odpompowuje się pompą próżniową. Następnie zalewa rtęcią i przeprowadza pomiar.

W przypadku porozymetrii gazowej wykorzystuje się zazwyczaj hel. Bardzo dobrze wnika on w pory. Można określić objętość porów na podstawie dokładnego pomiaru zmiany ciśnienia w stosunku do ilości wprowadzonego gazu.

Pomiar oporności elektrycznej z wykorzystaniem prawa Ohma – mierzy się napięcie na elektrodzie węglowej przez którą płynie znany prąd. Trywialne.

Pomiar wytrzymałości mechanicznej – niszczący pomiar wytrzymałości na zgniatanie i łamanie

Pomiar modułu Younga metodą rezonansu akustycznego – pomiar akustyczny, bazujący na prędkości rozchodzenia się fali akustycznej. Z jednej strony próbki o kształcie cylindrycznym przykładają się generator fali akustycznej, a z drugiej detektor (rodzaj mikrofonu). Pomiar był zautomatyzowany: komputer od pewnej założonej wysokości dźwięku zwiększał tę wysokość (częstotliwość) aż do uzyskania strzałki fali stojącej na drugim końcu pręta. Oznaczało to, że w znanej długości próbki „mieści się” całkowita wielokrotność długości fali (dokładnie ile zależy od go jak był skalibrowany przyrząd, czy szukał rezonansu podstawowego czy wyższego rzędu). Znając ilość długości fali mieszczącej się w długości próbki, długość próbki i częstotliwość dźwięku, można określić prędkość fali v :

$$v = \lambda f = \frac{lf}{n}$$

gdzie λ oznacza długość fali dźwiękowej, f – częstotliwość dźwięku, l – długość próbki, n – ilość długości fali mieszczącej się w próbce. Można już wyznaczyć moduł Younga E dzięki zależności:

$$v = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \rightarrow E = v^2 \rho$$

gdzie ρ oznacza gęstość próbki.

Detekcja ubytków wewnętrznych za pomocą ultrasonografii – jak sama nazwa „ultrasonografia” mówi, wykorzystuje się ultradźwięki. Badany typ wyłożenia wielkopiecowego był akurat anizotropowy, co nam pokazano podczas ultrasonografii – inna była prędkość dźwięku w jednym, a inna w drugim kierunku.

Metoda polega na przyłożeniu z dwóch stron materiału głowic piezoelektrycznych, z czego jedna wytwarza falę akustyczną a druga mierzy ją. Sygnał akustyczny składa się z wielu częstotliwości. Głowica mierząca, „mikrofon”, podłączona jest do oscyloskopu. Pozwala zobaczyć dla jakiej częstotliwości występuje rezonans. Długość warstwy, przez jaką dokonano pomiar, mierzy się zwykłą miarką taśmową. Na tej podstawie można obliczyć prędkość dźwięku (patrz: wyznaczanie modułu Younga). W przypadku wewnętrznych ubytków pojawiają się dodatkowe częstotliwości rezonansowe wskutek odbicia fali akustycznej od defektu. Odchylenie prędkości dźwięku od spodziewanej może świadczyć o niejednorodności materiału, zarówno o ostrych granicach (wówczas powstanie dodatkowa częstotliwość rezonansowa) jak i o granicach rozmytych.

Wytrawianie środkami chemicznymi: próbki poddawano działaniu silnych kwasów i zasad, a po ustalonym czasie określano ich stan powierzchni oraz stopień wytrawienia.

Pomiar gęstości metodą hydrostatyczną – pomiar masy przed i po nasyceniu cieczą, następnie zanurzenie w wodzie, pomiar masy w wodzie.

$$\begin{aligned} [\text{objętość}] &= [\text{masa w powietrzu}] - [\text{masa w wodzie}] / [\text{gęstość wody}] \\ [\text{gęstość}] &= [\text{masa przed nasyceniem cieczą}] / [\text{objętość}] \end{aligned}$$

Nieniszczący pomiar przewodnictwa cieplnego – metoda nie posiada własnej nazwy – została opracowana na potrzeby SGL Racibórz przez zespół z Politechniki Śląskiej:

1. izoluje się badany przedmiot od otoczenia osłoną nieprzepuszczającą światła
2. przez określony czas świeci się laserem na próbkę
3. kamera termowizyjna obserwuje obraz – okrężnie (w przybliżeniu ;)) rozchodzące się linie jednakowej temperatury, wokół naświetlanego punktu
4. na podstawie szerokości tych okręgów wyznaczających jednakową temperaturę po odpowiednim czasie od chwili naświetlania komputer określa przewodnictwo cieplne
5. Pomiar dokonuje się w kilku punktach

Podsumowanie:

- badanie modułu Younga metodą rezonansu akustycznego
- (niszczące) badanie wytrzymałości mechanicznej – łamanie próbki
- porozymetria (rtęciowa, helowa)
- Mikroskopia optyczna z wykorzystaniem mikroskopu optycznego i polaryzacji
- (niszczące) wytrawianie środkami chemicznymi
- ultrasonografia
- pomiar objętości metodą hydrostatyczną
- pomiar oporu elektrycznego z wykorzystaniem prawa Ohma
- pomiar przenikalności cieplnej