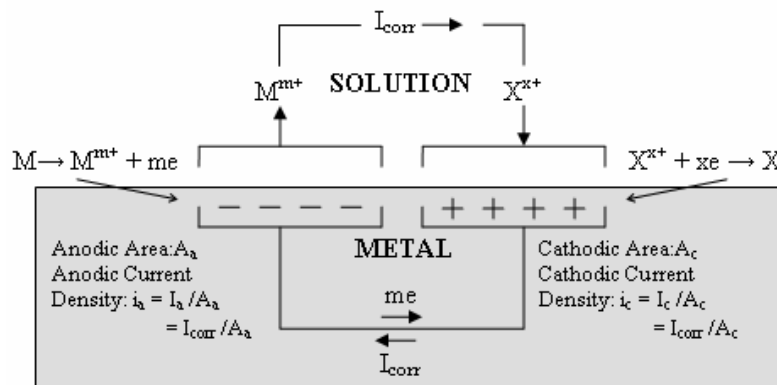


2. ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1. การถ่ายเทประจุไฟฟ้าในกระบวนการกัดกร่อน



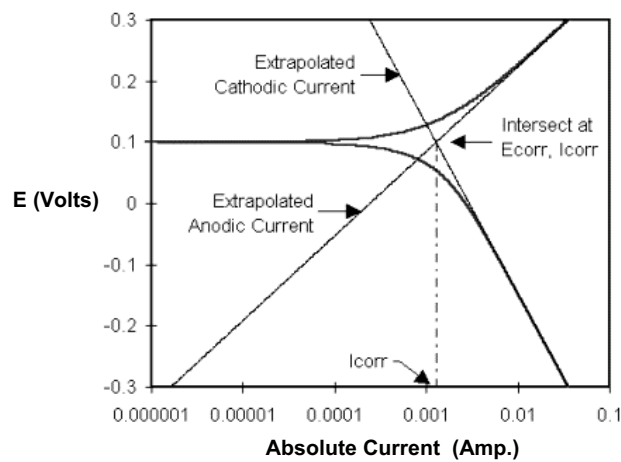
รูปที่ 1 วงจรไฟฟ้าเคมีของการกัดกร่อน และการถ่ายเทของประจุไฟฟ้า

การกัดกร่อนเกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาการถ่ายเทของอะตอมที่ขั้วอะโนดจากโลหะไปยังสารกัดกร่อน ($M \rightarrow M^{m+} + me$) ซึ่งจะมีการสูญเสียอิเล็กตรอนไปด้วยระหว่างการถ่ายเทอะตอมนี้ อิเล็กตรอนดังกล่าวจะเคลื่อนที่ไปยังบริเวณที่เป็นขั้วแคโทดเพื่อไปเกิดปฏิกิริยารีดักชัน ($X + xe \rightarrow X^{x+}$) ดังนั้นจึงเกิดลักษณะการถ่ายเทอิเล็กตรอนเป็นวงจรขึ้น ซึ่งคือวงจรไฟฟ้าเคมีของการกัดกร่อนที่มีกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) ในวงจร โดยค่าของกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนนี้จะเป็นค่าเฉพาะที่มีความสัมพันธ์กันกับอัตราของการกัดกร่อนสำหรับวัสดุภายใต้สภาวะกัดกร่อนนั้นๆ ซึ่งทำให้สามารถทำนายได้ถึงอัตราการกัดกร่อนที่จะเกิดขึ้นได้สำหรับการกัดกร่อนแบบทั้งผิวหน้า (Uniform Corrosion) แต่สำหรับการกัดกร่อนแบบหลุมลึก (Pitting Corrosion) ที่เป็นการกัดกร่อนแบบเฉพาะที่ (Localize corrosion) จะสามารถทราบอัตราการกัดกร่อนได้จากจำนวนของหลุมลึกที่เกิดขึ้นต่อพื้นที่ และความลึกของหลุม

2.2. ความหมาย และที่มาของการวิเคราะห์ Polarization Curve

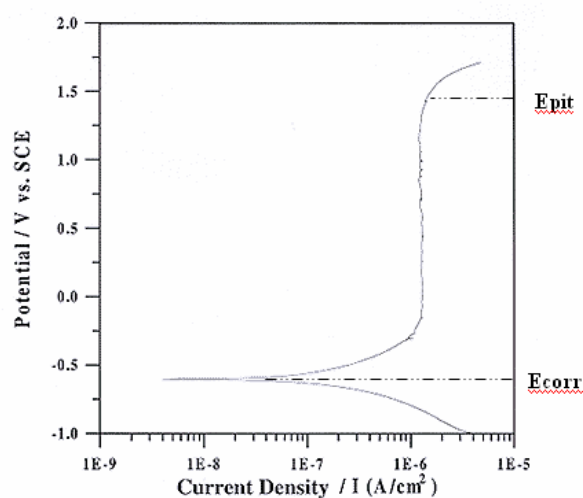
การวัดค่าของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน (I_{corr}) เพื่อไปคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนไม่สามารถที่จะวัดได้โดยตรงจากการที่ประจุถ่ายเทระหว่างบริเวณอะโนด และแคโทดบนผิววัสดุที่เกิดการกัดกร่อน อย่างไรก็ตามในบางกรณีที่เป็นกรกัดกร่อนบนวัสดุโลหะเหล็กกล้าไร้สนิมในสารละลายที่มีสภาพเป็นกรด เป็นไปได้ที่จะวัดค่ากระแสดังกล่าวได้โดยวิธีทางอ้อม (Indirect) โดยการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมี อาศัยการวัดผ่านขั้วเคาเตอร์อิเล็กโทรด (Counter Electrode) ซึ่งโดยทั่วไปจะเป็นแพลตตินัม (Platinum) และเครื่องมือทาง อิเล็กทรอนิกส์ที่เรียกว่า Potentiostat โดยต่อกับอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference Electrode) โดย Potentiostat จะเป็นเครื่องมือที่ทำหน้าที่จ่ายกระแสไฟฟ้าไปยังขั้วงานทดสอบ เพื่อที่จะควบคุมแรงดันไฟฟ้าให้เป็นไปตามที่ต้องการในการทดลอง ซึ่งการวัดค่า I_{corr} ด้วยวิธีการสร้างโค้งความสัมพันธ์ระหว่าง ศักย์ไฟฟ้าที่ควบคุมกับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน

โดยประกอบด้วยโค้งอะโนดิก(Anodic Curve) และโค้งแคโทดิก(Cathodic Curve) และการวิเคราะห์แบบ Tafel จะทำให้ได้จุดตัดที่เป็นค่าของ E_{corr} และ I_{corr} ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 การวัดค่า I_{corr} ด้วยวิธี Classic Tafel Analysis

ความหมายของค่า E_{corr} คือ ศักย์ไฟฟ้าที่ซึ่งมีอัตราการรวมของปฏิกิริยาทั้งหมดทางอะโนดิกเท่ากับอัตราการรวมของปฏิกิริยาทั้งหมดทางแคโทดิกซึ่งเป็นตำแหน่งที่เกิดการสมดุลสำหรับกระบวนการกัดกร่อนที่เกิดขึ้น โดยจะมีค่ากระแสกัดกร่อนคงที่เท่ากับ I_{corr} สำหรับการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของการกัดกร่อนของวัสดุสามารถทำได้จากการวิเคราะห์โดยการสร้างกราฟโพลาไรเซชัน (Polarization Curve) ซึ่งวิธีดังกล่าวนี้จะแสดงความสัมพันธ์ของศักย์ไฟฟ้าในการกัดกร่อน กับการถ่ายเทประจุไฟฟ้าที่บ่งบอกช่วงของการต้านทานการกัดกร่อนโดยการสร้างฟิล์มป้องกัน (Passive Film) การทำลายฟิล์มป้องกันการกัดกร่อน และการเกิดการกัดกร่อนที่เนื้อวัสดุได้



รูปที่ 3 กราฟโพลาไรเซชัน แสดงค่าลักษณะเฉพาะ E_{corr} และ E_{pit} สำหรับการกัดกร่อนบนโลหะที่มีสมบัติสร้างฟิล์มต้านการกัดกร่อน

สำหรับกราฟโพลาไรเซชันของโลหะที่มีสมบัติสามารถสร้างฟิล์มด้านการกัดกร่อน ได้แก่ เหล็กกล้าไร้สนิม (ดังรูปที่ 3) โดยการกัดกร่อนบนเหล็กกล้าไร้สนิมอาจเกิดได้ทั้งการกัดกร่อนแบบหลุมลึก และการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับช่วงของศักย์ไฟฟ้าในปฏิกิริยากัดกร่อน การเกิดการกัดกร่อนแบบหลุมลึก (Pitting Corrosion) เกิดขึ้นเมื่อศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อนมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ E_{pit} และการกัดกร่อนแบบทั้งผิวหน้า สามารถเกิดขึ้นได้เมื่อศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อนอยู่ระหว่างช่วง E_{corr} และ E_{pit} โดยรูปร่างของกราฟโพลาไรเซชันสำหรับแต่ละคู่ปฏิกิริยากัดกร่อน (โลหะ-สารกัดกร่อน) ก็จะแตกต่างกันไป หากโลหะมีการต้านทานการกัดกร่อนต่ำ หรือไม่สามารสร้างฟิล์มต้านทานการกัดกร่อนได้ เช่น ในกรณีเหล็กคาร์บอน ซึ่งการเกิดการกัดกร่อนแบบหลุมลึกจะไม่เกิดขึ้น แต่จะเกิดเป็นการกัดกร่อนแบบทั่วทั้งผิวหน้า ดังนั้นค่าของ E_{pit} จึงไม่เกิดขึ้นบนกราฟโพลาไรเซชันของโลหะคาร์บอน รวมถึงช่วงการต้านทานการกัดกร่อนก็จะแคบลงด้วย

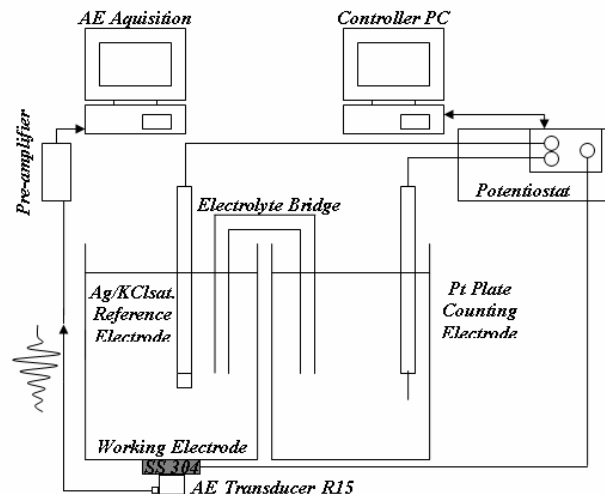
2.3. อะคูสติกอิมพัลส์สำหรับการวิเคราะห์การกัดกร่อน

การปลดปล่อยสัญญาณอะคูสติกในกระบวนการกัดกร่อนมีแหล่งกำเนิดของสัญญาณมาจากหลายแหล่งกำเนิด ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเป็นไปได้ที่จะมาจากการเสียหายเนื่องจากการกัดกร่อนที่ผิววัสดุ การแตกของพาสซีฟฟิล์ม ผลของผลิตภัณฑ์จากการกัดกร่อน (Corrosion product) เช่น การเกิดฟองก๊าซไฮโดรเจน การก่อตัวของออกไซด์โลหะหรือที่เรียกว่าการเกิดสนิม เป็นต้น และสัญญาณรบกวนทั้งทางกล และทางไฟฟ้า ซึ่งแต่ละแหล่งกำเนิดของสัญญาณอะคูสติกจะมีลักษณะเฉพาะ โดยสามารถวิเคราะห์เพื่อการจำแนกแต่ละแหล่งกำเนิดของสัญญาณที่ตรวจจับได้ จากการวิเคราะห์ผ่านค่าตัวแปรอะคูสติกที่กำหนดมาจากสัญญาณอะคูสติกในโดเมนเวลาจากการพิจารณาสัญญาณที่เกินระดับขีดจำกัดเริ่มต้น (Threshold Level) ที่กำหนดไว้ ได้แก่ จำนวนครั้งของแอมพลิจูดที่มีรอบการแกว่งของสัญญาณเกินระดับขีดจำกัดเริ่มต้น (Count), ระดับของสัญญาณที่มีค่าสูงที่สุด (Peak Amplitude), ค่าเวลาของระดับสัญญาณเกินกว่าระดับขีดจำกัดเริ่มต้นจนถึงระดับของสัญญาณสูงสุด (Rise Time), ค่าเวลาของสัญญาณตั้งแต่ระดับของสัญญาณสูงสุดจนลดลงเหลือเท่ากับระดับขีดจำกัดเริ่มต้น (Duration Time), และจำนวนครั้งของการตรวจจับสัญญาณที่ตรวจจับได้ตลอดช่วงเวลาที่สนใจ (Hit) และค่าของพลังงานอะคูสติก (AE Energy) ที่ไม่เกี่ยวข้องกับระดับการกำหนดค่าขีดจำกัดเริ่มต้น โดยพารามิเตอร์อะคูสติกแต่ละตัวจะมีความสัมพันธ์กับการกัดกร่อนที่ศึกษาอยู่หรือไม่สามารถรู้ได้จากการพิจารณาพารามิเตอร์แต่ละตัวเปรียบเทียบกับ การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในกระบวนการกัดกร่อน ตามช่วงเวลา (History Plot) หรือการวิเคราะห์ค่าของคู่พารามิเตอร์ (Correlation Plot) เป็นต้น [13]

3. การดำเนินการวิจัย

เหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304 ความหนา 0.5 มิลลิเมตร และ ขนาดพื้นที่ทดสอบ 6.25 ตารางเซนติเมตร ซึ่งผ่านการเตรียมผิวโดยการขัดด้วยกระดาษทรายน้ำเบอร์ 1200 จากนั้นเป่าให้แห้งด้วยอากาศอุ่น และทิ้งข้ามคืนในภาชนะที่มีการป้องกันความชื้นด้วยสารดูดความชื้นซิลิกา โดยชิ้นงานทดสอบได้ถูกนำมา

ทดสอบ ภายใต้สภาวะการกัดกร่อนสารละลาย 3% NaCl ปรับความเป็นกรด pH ให้เท่ากับ 2 ด้วยสารละลาย HCl เข้มข้น และควบคุมปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมีด้วยแบบพลวัตน์ (Potentiodynamic Test) ด้วยเครื่อง Potentiostat โดยควบคุมความต่างศักย์ตั้งแต่ช่วง -0.5 ถึง 0.5 โวลต์ (อิเล็กโทรดอ้างอิง Ag/KCl_{sat}) ซึ่งอัตราการสแกนเป็น 0.2 mV/sec และบันทึกค่าความหนาแน่นของประจุในการกัดกร่อนผ่าน Counter Electrode แบบแผ่นแพลตทินัม เข้าสู่คอมพิวเตอร์บันทึกและแสดงผลกราฟโพลาริเซชัน



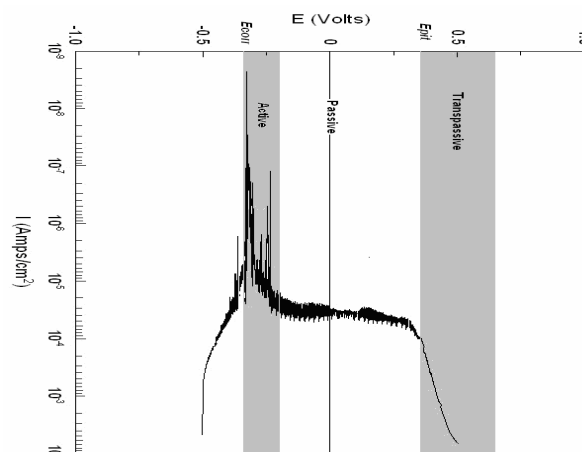
รูปที่ 4 ระบบการวิเคราะห์สัญญาณอะคูสติกอิมมิชชัน และการควบคุมระบบไฟฟ้าเคมีการกัดกร่อน

สัญญาณอะคูสติกจากการกัดกร่อนของวัสดุทดสอบถูกบันทึกตลอดช่วงการทดสอบทางไฟฟ้าเคมีโดยหัวตรวจสอบอะคูสติกแบบเพียโซอิเล็กทริก รุ่น R15 โดยมีความถี่เรโซแนนซ์ที่ 150 kHz ซึ่งสอดคล้องกับย่านความถี่ของสัญญาณอะคูสติกจากการกัดกร่อนที่ช่วงประมาณ 100-200 kHz และการทดลองใช้ Pre-amplifier รุ่น 1240 จาก PAC โดยใช้อัตราการขยายสัญญาณที่ 60 dB พร้อมทั้งกรองความถี่แบบแถบความถี่ (Band-Pass) ในช่วงความถี่ 100-300 kHz และบันทึกผลทางอะคูสติกทางเวลาด้วย LOCAN320 จาก PAC โดยการออกแบบทดลองได้ใช้สะพานอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic Bridge) เพื่อป้องกันสัญญาณทางอะคูสติกจากฟองก๊าซที่เกิดขึ้นที่ขั้ว Counter Electrode และป้องกันสัญญาณรบกวนทางไฟฟ้าเข้าสู่หัวตรวจสอบอะคูสติกจากการจ่ายกระแสในระบบการกัดกร่อนไปยังวัสดุทดสอบที่ขั้ว Working Electrode ด้วยระบบการกวาดสัญญาณ

4. ผลการวิจัยและการวิเคราะห์

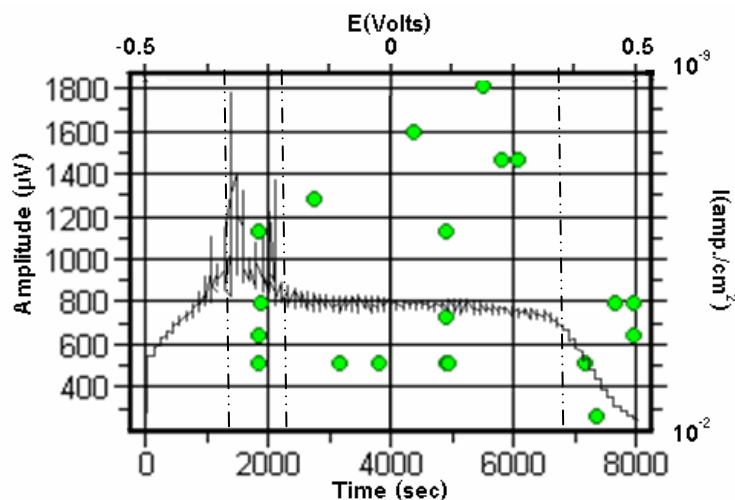
ผลในการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีด้วยวิธีการ Potentiodynamic Test ทำให้ได้รูปแบบของ Polarization Curve และค่าเฉพาะตัวของวัสดุทดสอบเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304 ในงานวิจัย เพื่ออ้างอิงถึงกระบวนการเปลี่ยนแปลงทางไฟฟ้าเคมีของการกัดกร่อน และอธิบายปรากฏการณ์การของสัญญาณอะคูสติกที่ตรวจจับได้ตลอดช่วงเวลาทดสอบ ค่า E_{corr} และ E_{pit} ที่ได้จากการวิเคราะห์เป็น -0.36346 และ 0.37109 โวลต์ ตามลำดับ ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉพาะตัวทั้งสองค่าจะเป็นค่าที่กำหนดขอบเขตของช่วง Active, Passive และ Trans-passive ดังรูปที่ 2 ซึ่งเป็นลำดับขั้นของการเกิดการกัดกร่อนในสภาวะแท้จริงของ

เหล็กกล้าไร้สนิมที่มีสมบัติที่สามารถต้านการกัดกร่อน ได้แก่ การเสียหายหรือแตกของออกไซด์ฟิล์ม หรือพาสซีฟฟิล์มที่ปกป้องผิวในขณะที่เริ่มต้นการกัดกร่อน จากนั้นฟิล์มดังกล่าวก็就会被สร้างขึ้นอีกครั้ง เพื่อต้านทานการกัดกร่อนที่เกิดขึ้นในช่วง Passive ซึ่งในช่วงนี้โลหะจะพยายามสร้างฟิล์มขึ้นมา และในทางกลับกันก็มีบางส่วนของฟิล์มได้ถูกทำลายไปด้วยปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมี ซึ่งจะเห็นได้จากการที่ค่าของความหนาแน่นของกระแสมีการเปลี่ยนแปลงที่น้อยมาก และเมื่อค่าศักย์ไฟฟ้าที่ควบคุมเข้าใกล้ค่า E_{pit} การเปลี่ยนแปลงของค่าความหนาแน่นกระแสจึงเกิดการเปลี่ยนแปลงที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ซึ่งหมายถึงผิวโลหะไม่สามารถต้านทานทางการกัดกร่อนได้อีกต่อไป ฟิล์มที่สร้างขึ้นถูกทำลายและไม่สามารถสร้างขึ้นใหม่ได้อีก และการกัดกร่อนแบบหลุมลึก (Pitting) จึงเริ่มต้นขึ้นได้ช่วง Trans-passive นี้

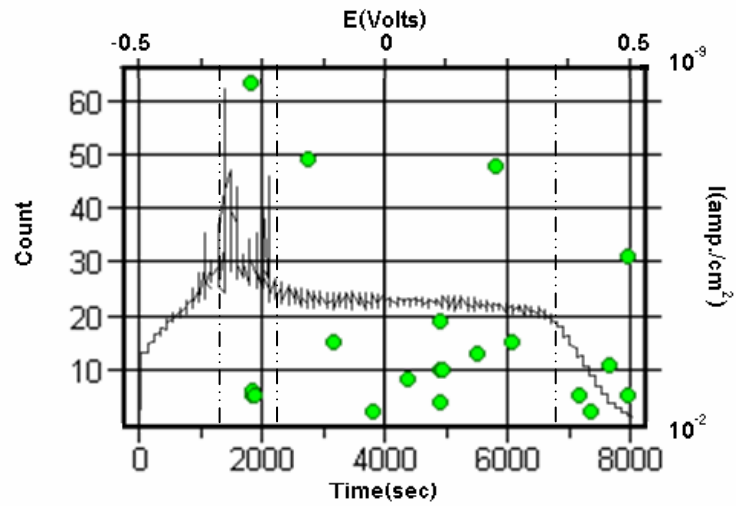


รูปที่ 5 Polarization Curve ของ ตัวอย่างเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด 304 ในงานวิจัย

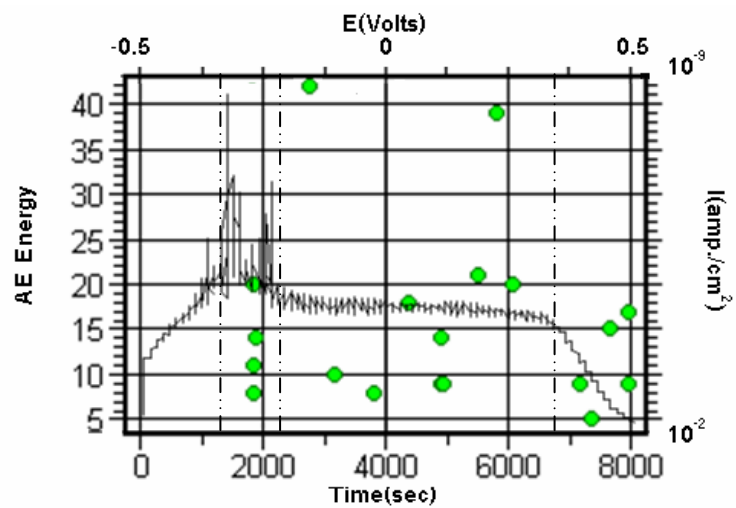
สัญญาณอะคูสติกที่ตรวจจับถูกนำมาวิเคราะห์ผ่านพารามิเตอร์อะคูสติกที่มีการเปลี่ยนแปลงทางเวลา และประกอบกับการอธิบายสิ่งที่เกิดขึ้นทางไฟฟ้าเคมีของการควบคุมศักย์ไฟฟ้าเคมีที่เพิ่มขึ้นตั้งแต่ค่า $E = -0.50$ โวลต์ ไปจนเสร็จสิ้นที่ $E = 0.50$ โวลต์ ด้วยอัตราการแสกน 0.2 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ซึ่งเป็นเวลาในการวิเคราะห์ทั้งสิ้น $8,000$ วินาที โดยพารามิเตอร์อะคูสติกที่วิเคราะห์ร่วมกับกลไกของการกัดกร่อนคือ Amplitude, Counts, Energy, และ Hit ดังรูปที่ 6 ถึง 9



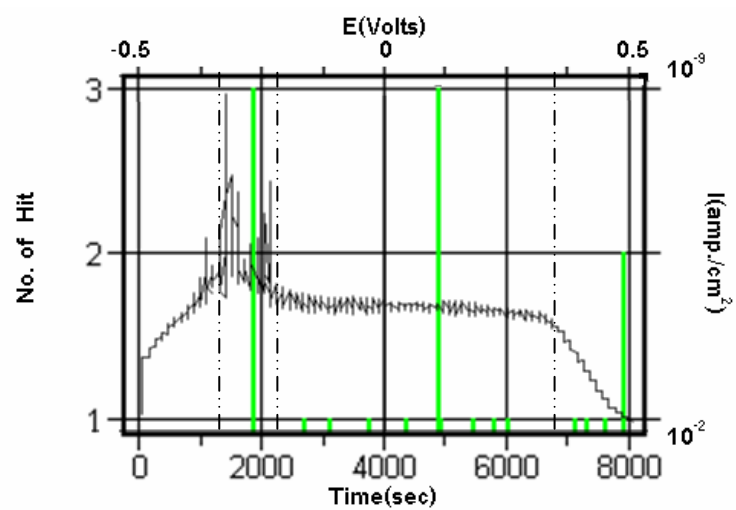
รูปที่ 6 ตัวแปรอะคูสติกแอมพลิจูดต่อเวลา เปรียบเทียบกับกราฟโพลาไรเซชันของการเกิดการกัดกร่อน



รูปที่ 7 ตัวแปรอะคูสติก Count ต่อเวลาเปรียบเทียบกับกราฟโพลาไรเซชันของการเกิดการกัดกร่อน



รูปที่ 8 ตัวแปรอะคูสติก Energy ต่อเวลา เปรียบเทียบกับกราฟโพลาไรเซชันของการเกิดการกัดกร่อน



รูปที่ 9 ตัวแปรอะคูสติก Hit ต่อเวลา เปรียบเทียบกับกราฟโพลาไรเซชันของการเกิดการกัดกร่อน

ซึ่งพบว่าการแสดงผลของสัญญาณจะเห็นว่าแบ่งกลุ่มของสัญญาณออกเป็นสามช่วงเช่นกัน (Active, Passive และ Trans-passive) โดยสัญญาณอะคูสติกที่เกิดขึ้นจะมีการตรวจจับได้ของสัญญาณอย่างไม่ต่อเนื่อง (Discrete Signal) และมีลักษณะเป็นสัญญาณแบบเบิร์สต์ (Burst) ซึ่งในการควบคุมกระบวนการกัดกร่อนจากงานวิจัยนี้จะเห็นว่าการถ่ายเทของประจุในการกัดกร่อนอย่างต่อเนื่องจากกราฟโพลาริเซชัน แต่ผลของการถ่ายเทแปลงประจุกลับไม่ส่งผลต่อสัญญาณอะคูสติก หรือก่อให้เกิดสัญญาณอะคูสติกที่มีความต่อเนื่องแต่อย่างใด และสัญญาณอะคูสติกที่ได้นั้นยังมีความสอดคล้องกันกับการเกิดการกัดกร่อนด้วย ซึ่งในการวิเคราะห์ลักษณะของสัญญาณจะแบ่งเป็นการวิเคราะห์ในส่วนของสัญญาณจากการเสียหาย หรือแตกของฟิล์มพาสซีฟ จะเกิดขึ้นทั้งในช่วง Active รวมกับ ช่วง Passive เพื่อเปรียบเทียบกับสัญญาณที่เกิดจากการกัดกร่อนแบบหลุมลึกที่เนื้อวัสดุทดสอบ (ช่วง Trans-passive) ซึ่งผลการวิจัยได้แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ค่าเฉลี่ยของค่าพารามิเตอร์อะคูสติกในแต่ละช่วงการกัดกร่อน

		Active Region + Passive Region (Passive Film Breakage)	Transpassive Region (Pitting Corrosion)
Average	Amplitude (μV)	911.545	603.2
	Count no.	18.77	10.80
	AE Energy (V)	15.70	11.00
	Hit/min.	0.215	0.27

ค่าเฉลี่ยของแต่ละพารามิเตอร์อะคูสติกแสดงถึงความแตกต่างกันของในแต่ละช่วงของการกัดกร่อนโดยค่าเฉลี่ยของแอมพลิจูดสามารถอธิบายถึงความแตกต่างได้ดีที่สุด โดยที่จะมีค่าในช่วงพาสซีฟฟิล์มแตกสูงกว่าช่วงของการเกิดการกัดกร่อนแบบหลุมลึก สำหรับพารามิเตอร์ Count และ Energy ซึ่งเมื่อพิจารณาจากรูปที่ 7 และ 8 และการพิจารณาผ่านค่าเฉลี่ยพบว่ามีความแตกต่างเพียงเล็กน้อยจากสองแหล่งกำเนิดสัญญาณ ขณะที่อัตราเฉลี่ยของค่า Hit พบว่ามีค่าที่ใกล้เคียงกันมาก

5. สรุปการวิจัย

1. ในงานวิจัยนี้ได้ทำการออกแบบระบบในการทำการทดลองและวิจัยให้เกิดสัญญาณรบกวนทางกลในระบบการกัดกร่อนให้น้อยที่สุด อันได้แก่ การกำจัดฟองก๊าซที่เกิดขึ้นที่ขั้วของ Counter Electrode และการกำจัดสัญญาณรบกวนทางไฟฟ้าด้วยระบบการกราวด์ จึงทำให้สัญญาณที่ตรวจจับได้นั้นเป็นสัญญาณที่มาจากการกัดกร่อนเพียงอย่างเดียวเท่านั้น และได้ศึกษาถึงผลจากการถ่ายเทประจุไฟฟ้าในกระบวนการกัดกร่อนว่ามีผลต่อสัญญาณอะคูสติกหรือไม่ โดยสามารถสรุปได้ว่าการถ่ายเทประจุไม่ได้ส่งผลต่อสัญญาณอะคูสติกในการตรวจจับการกัดกร่อนแต่อย่างใด ด้วยเหตุผลจากการตรวจจับสัญญาณอะคูสติกได้เป็นลักษณะไม่ต่อเนื่องตลอดการทดสอบทางไฟฟ้าเคมี ซึ่งมีการถ่ายเทประจุอย่างต่อเนื่องโดยการพิจารณาจากค่าความหนาแน่นของ

กระแสที่เกิดขึ้นในระบบ หากผลของการถ่ายเทประจุมีผลต่อสัญญาณอะคูสติก ซึ่งสัญญาณอะคูสติกก็ควรจะตรวจจับได้อย่างต่อเนื่องเช่นกัน

2. เนื่องจากผลของการถ่ายเทประจุทางไฟฟ้าเคมีไม่มีผลต่อการตรวจจับสัญญาณอะคูสติกในระบบ ดังนั้นผลการวิเคราะห์ผ่านพารามิเตอร์อะคูสติกจากการทดลองจึงเป็นการวิเคราะห์สัญญาณอะคูสติกจากการกัดกร่อนเท่านั้น ซึ่งค่าเฉลี่ยของ Amplitude สามารถอธิบายได้ถึงความแตกต่างระหว่างแต่ละกลไกการกัดกร่อนได้ดีที่สุด ซึ่งสามารถแสดงผลจากแหล่งกำเนิดของสัญญาณออกเป็นสองช่วงคือ ช่วงที่ฟิล์มแตก (Active และ Passive Region) และช่วงของการเกิดการกัดกร่อนแบบหลุมลึก (Pitting) ในขณะที่พารามิเตอร์ Count และ Energy สามารถแสดงถึงความแตกต่างที่เกิดขึ้นระหว่างแต่ละกลไกในการเกิดการกัดกร่อนได้ชัดเจนน้อยกว่า ซึ่งในช่วง Active และ Passive นี้มีค่าเฉลี่ย Amplitude, Count และ Energy ที่สูงกว่าสัญญาณจากช่วง Trans-passive และการวิเคราะห์ผ่านพารามิเตอร์ Hit พบว่าค่าเฉลี่ยของทั้งสองแหล่งกำเนิดมีค่าใกล้เคียงกันมาก
3. สัญญาณอะคูสติกที่ตรวจจับได้นั้นสามารถจำแนกออกเป็นสองแหล่งกำเนิดเมื่ออธิบายด้วยเหตุผลจากการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีของการกัดกร่อนควบคู่กัน ซึ่งพบว่ามีแหล่งกำเนิดสัญญาณอะคูสติกมาจาก การแตกของพาสซีฟฟิล์ม และการเกิดการกัดกร่อนแบบหลุมลึกที่เนื้อวัสดุ ซึ่งผลการวิจัยนี้สนับสนุนงานวิจัยก่อนหน้านี้ [13]
4. การตรวจจับและวิเคราะห์การกัดกร่อนด้วยวิธีอะคูสติกมีข้อดีในการใช้งานจริง จะไม่มีผลอันเนื่องมาจากศักย์ไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปของระบบ แต่จะขึ้นอยู่กับกลไกของการกัดกร่อน และอัตราการกัดกร่อน โดยสามารถพิจารณาได้จากพารามิเตอร์ทางอะคูสติกดังกล่าวในข้างต้น

6. กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย และสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำหรับทุนสนับสนุนการวิจัย ดร.พงษ์ศักดิ์ ถึงสุข และคุณเชิดพงษ์ จอมเดช สำหรับคำแนะนำที่เป็นประโยชน์

เอกสารอ้างอิง

1. Ferrer, F, Faure, T, Goudiakas, J., and Andrès, E., 2002, "Acoustic emission study of active-passive transitions during carbon steel erosion-corrosion in concentrated sulfuric acid", *Corrosion Science*, Vol. 44, Issue 7, July 2002, pp. 1529-1540.
2. Bellenger, F., Mazille, H., and Idrissi, H., 2002, "Use of acoustic emission technique for the early detection of aluminum alloys exfoliation corrosion", *NDT & E International*, Vol. 35, Issue 6, September 2002, pp.385-392

3. Nam, K. W., Wei, R. P., and Mal, A.K., 1999, "Characteristics of Acoustic Emission Waveforms Generated by Fatigue Crack Extension from Corrosion Sites in Aluminum Alloys", *Third FAA/DOE NASA*, September 20 – 23.
4. Kim, Y. P., Fregonese, M., Mazille, H., Féron, D., and Santarini, G., 2003, "Ability of acoustic emission technique for detection and monitoring of crevice corrosion on 304L austenitic stainless steel", *NDT & E International*, Vol. 36, Issue 8, December 2003, pp. 553-562.
5. Mazille, H., Rothea, R., and Tronel, C., 1995, "An acoustic emission technique for monitoring pitting corrosion of austenitic stainless steels", *Corrosion Science*, Vol.37, No.9, pp.1365-1375.
6. Idrissi, H., Mazille, H., Renaud, L., and Cetre, Y., 2001, "Initiation and propagation steps in pitting corrosion of austenitic stainless steels : monitoring by AE", *Corrosion Science*, Vol.43, pp. 627-641.
7. Assouli, B., Srhiri, A., and Idrissi, H., 2003, "Characterization and control of selective corrosion of α/β -brass by acoustic emission", *NDT & E International*, Volume 36, Issue 2, 1 March 2003, Pages 117-126.
8. Darowicki, K., Mirakowski, A., and Krakowiak, S., 2003, "Investigation of pitting corrosion of stainless steel by means of acoustic emission and potentiodynamic methods", *Corrosion Science*, Volume 45, Issue 8, August 2003, pp. 1747-1756.
9. Oltra, R., Chapey, B., and Renaud, L., 1995, "Abrasion-corrosion studies of passive stainless steels in acidic media: combination of acoustic emission and electrochemical techniques", *Wear*, Vol. 186-187, Part 2, August 1995, pp. 533-541.
10. Cakir, A., and Aydin, A., 1999, "AE response of 316L SS during SSR test under potentiostatic control", *Corrosion Science*, Vol. 41, Issue 6, 1 June 1999, pp. 1175-1183.
11. Yoon, D. J., Weiss, W. J., and Shah, S. P., 2000, "Detecting the Extent of Corrosion with Acoustic Emission," *Transportation Research Record 1698*, No. 00-1425, pp. 54-60.
12. Mirakowski, A., "Application of Acoustic Emission Evaluation of Pitting Corrosion in Steel", http://www.korozja.pl/1_01_02.pdf.
13. Prateepasen, A., Jirarungsatean, C., and Thungsook, P., 2006, "Identification of AE Source in Corrosion Process", *Journal of Key Engineering of Material*, (in press).
14. Stansbury, E. E., and Buchanan, R. A., 2000, *Fundamentals of Electrochemical Corrosion*, ASM International, Ohio.
15. Sedriks, A.J., 1996, *Corrosion of Stainless Steels*, John Wiley & Sons, Inc, New York.

ภาคผนวก ค

Semi-Parametric Learning for Classification of Pitting Corrosion Detected by Acoustic Emission

Asa Prateepasen^a, Pakorn Kaewtrakulpong^b and Chalermkiat Jirarungsatean^c

Faculty of Engineering, King Mongkut's University of Technology Thonburi

91 Prachautid, Bangmod, Toongkru, Bangkok, 10140, Thailand.

^aiasaasen@kmutt.ac.th, ^bpakorn.kae@kmutt.ac.th, ^cochatean@kmutt.ac.th

Keyword: Acoustic Emission, Pitting Corrosion, Mixture of Gaussians, Semi-Parametric Learning

Abstract. This paper presents a Non-Destructive Testing (NDT) technique, Acoustic Emission (AE) to classify pitting corrosion severity in austenitic stainless steel 304 (SS304). The corrosion severity is graded roughly into five levels based on the depth of corrosion. A number of time-domain AE parameters were extracted and used as features in our classification methods. In this work, we present practical classification techniques based on Bayesian Statistical Decision Theory, namely Maximum A Posteriori (MAP) and Maximum Likelihood (ML) classifiers. Mixture of Gaussian distributions is used as the class-conditional probability density function for the classifiers. The mixture model has several appealing attributes such as the ability to model any probability density function (pdf) with any precision and the efficiency of parameter-estimation algorithm. However, the model still suffers from model-order-selection and initialization problems which greatly limit its applications. In this work, we introduced a semi-parametric scheme for learning the mixture model which can solve the mentioned difficulties. The method was compared with conventional Feed-Forward Neural Network (FFNN) and Probabilistic Neural Network (PNN) to evaluate its performance. We found that our proposed methods gave much lower classification-error rate and also far smaller variance of the classifiers.

Introduction

Pitting corrosion is one of the most important problems of storage tanks in several industries. The process was often found in storage tanks especially in the area with different electrical potentials in the liquid environment. In such environment, the liquid works as an electrolyte in electro-chemical process of the corrosion. It can lead to catastrophes when it occurs in materials, equipments, or machines. Corrosion monitoring by Acoustic Emission (AE) has become more active recently [1-5] because it does not require any process interruption. Although the implementation of AE for corrosion monitoring was frequently studied, only few of them [6, 7] focused on classification of corrosion severity.

The purposes of this paper are to confirm the ability of pitting corrosion detection in stainless steel, to analyze the relationship between the obtained AE signal and the corrosion, and to apply practical classification techniques based on Bayesian Statistical Decision Theory [8], namely Maximum A Posteriori (MAP) and Maximum Likelihood (MLE) classifiers for grading the severity level of the corrosion. The result was compared with other classification methods [6, 7] to compare its performance. The ultimate goal of this work is to develop a novel corrosion monitoring technique that can be used in maintenance planning works.

Pattern Classification Based on MAP and ML Classifiers Using Semi-Parametric Learning

In this section, the outline of *Maximum A Posteriori* (MAP) and *Maximum Likelihood* (ML) classifiers which are special cases of the Bayesian Statistical Decision Theory is described. The MAP classifier gives an optimal rate of classification errors where there is no difference in the cost of misclassification while the ML is optimal when the costs and *a priori* probabilities are unknown.

Suppose we have to decide between M classes $\omega_1, \omega_2, \dots, \omega_M$. A given sample $\mathbf{x} \in \mathbf{X}$ belongs to category ω_i with the conditional probability density function $p(\mathbf{x}|\omega_i) \in [0,1]$, where \mathbf{X} is a feature space. In the parametric case, $p(\mathbf{x}|\omega_i)$ is completely known, including its parameters. Each category is also characterized by its *priori probability*, $p(\omega_i) \in [0,1]$ of observing the category ω_i .

From Bayes' formula, the *posterior probability* $p(\omega_i|\mathbf{x}) \in [0,1]$ is defined as

$$p(\omega_i | \mathbf{x}) = \frac{p(\mathbf{x} | \omega_i)p(\omega_i)}{p(\mathbf{x})}; i = 1, 2, \dots, N \quad (1)$$

The method assigns to the sample \mathbf{x} the category that has the highest posterior probability. Since there is no favor on any particular values of \mathbf{x} , the $p(\mathbf{x})$ is all-equal. It is known that this rule is optimum in the sense that no other rules can yield a lower error probability.

The effectiveness of the framework is dependent on accuracies of the class-conditional probability distribution $p(\mathbf{x}|\omega_i)$ and the prior probability $p(\omega_i)$ in equation (1). The prior probability is normally obtained from belief or experience of human experts or even set equal in a non-informative (ML) case; however, obtaining an accurate model of the class-conditional probability distributions is not straightforward. In our case, a mixture of Gaussian distributions is used due to its appealing attributes including its ability to model any probability density function (pdf) with any precision (compared to other parametric pdf's) and its efficiency of the parameter-estimation algorithm (compared to non-parametric pdf's).

Mixture of Gaussian Distributions. The mixture of K Gaussian distributions [9] is defined as

$$p(\mathbf{x}; \theta) = \sum_{k=1}^K w_k \eta(\mathbf{x}; \boldsymbol{\mu}_k, \boldsymbol{\Sigma}_k) \text{ subject to a stochastic constraint } \sum_{i=1}^K w_i = 1. \quad (2)$$

The set of mixture parameters can be collectively represented as $\theta = \{w_1, \dots, w_K, \boldsymbol{\mu}_1, \dots, \boldsymbol{\mu}_K, \boldsymbol{\Sigma}_1, \dots, \boldsymbol{\Sigma}_K\}$. $\eta(\mathbf{x}; \boldsymbol{\mu}, \boldsymbol{\Sigma})$ is a Gaussian kernel with $\boldsymbol{\mu}$ and $\boldsymbol{\Sigma}$ representing mean vector and covariance matrix, respectively. The most popular method for estimating the parameters of the mixture is the Maximum Likelihood Estimation (MLE). Given a set train data $D = \{\mathbf{x}_1, \dots, \mathbf{x}_N\}$, the likelihood of the Gaussian mixture model is defined as

$$\ell(D; \theta) = \prod_{i=1}^N \sum_{k=1}^K \omega_k \eta(\mathbf{x}_i; \boldsymbol{\mu}_k, \boldsymbol{\Sigma}_k) \quad (3)$$

The MLE of a Gaussian mixture model is normally achieved by Expectation Maximization (EM) algorithm [9]. It is an iterative algorithm which is not only simple but also efficient. It also handles the stochastic constraint naturally. However, its likelihood landscape also contains singularities and local maxima which impose on numerical instability and accuracy of the solution. These greatly limit its applications. In this work, we introduced a semi-parametric approach for learning the mixture model which could overcome the mentioned difficulties as described in the next section

Semi-Parametric Learning of Gaussian Mixture Model. The semi-parametric learning of Gaussian mixture model in our work is based on a sequentially increasing the number of Gaussian components and choosing the model order according to Minimum Description Length (MDL) criterion [10]. Flowchart of our approach is shown in Fig 1(a).

The MDL support for each mixture order is computed by

$$MDL(K) = -\gamma(D; \theta(K)) + \frac{1}{2} N_p(K) \ln N \quad (4)$$

where $\gamma(D; \theta(K))$ is the likelihood of the training data given the mixture of K Gaussians. $N_p(K)$ is the number of independent parameters in the mixture model.

To eliminate singularities and local maxima in the likelihood landscape of the mixture, the parameter estimation by EM algorithm is run repeatedly for a number of times (20 times in our case) for each model order. The estimate of this order with highest likelihood value is kept and MDL calculated. The model with minimum MDL support is selected as the class-conditional distribution for the class. An example of applying the method to construct the class-conditional probability distribution from the data of one class is illustrated in Fig 1(b). It can be seen from the figure that the mixture model of order 6 has the minimum MDL and is select to represent the class.

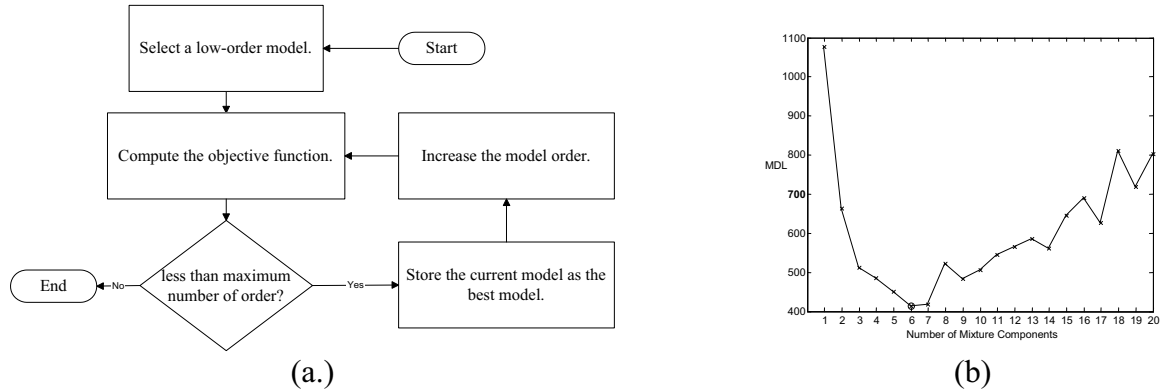


Fig. 1. (a) Flowchart of semi-parametric learning approach (b) An example of applying the method to construct the class-conditional probability distribution from the data of one class

Experimental Setup

The diagram of experimental setup is provided in Fig 2. Specimens made from AISI304 (austenitic stainless) 1 mm thick were prepared by wet grinding using a 1200 grit silicon carbide sheet, then rinsing with distilled water and getting dried in cold air. The electrochemical environment was 3%NaCl solution added with HCL to control its pH at the level of two. For the polarization tests, the electrochemically applied constant potential was controlled by a potentiostat (Solartron 1284) using E_{pit} at 0.31128 V. The sample acted as a working electrode, a platinum mesh as the counter-electrode and an Ag/AgCl (sat. KCl) as a reference. The AE instrumentation consisted of transducers, preamplifiers and a data acquisition system. A resonant transducer of type R15 from Physical Acoustic Corp. (PAC) was attached to the other side of the specimen using coupling gel and connected to a

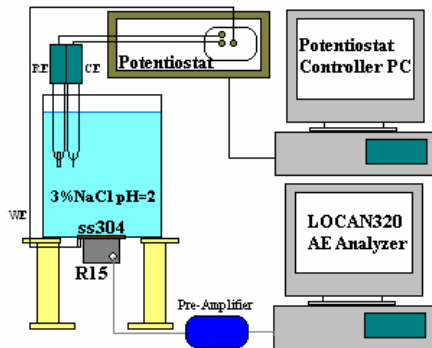


Fig. 2. A schematic of AE system

preamplifier set at 60 dB. Integrity of attachment of the AE sensor was verified by pencil lead breaking. AE parameters including amplitude, count, rise time, duration time and energy were recorded by an AE data acquisition system, PAC LOCAN320.

Since the corrosion severity level can not be measured directly during the corrosion process, a series of experiments with an increasing step of 30-minute interval was conducted under controlled environment. For each of the experiments, depth of corroded pits of the specimens was measured by a vertical-motion measuring pin. Depths around the hole area were taken and the maximum was chosen as the representative. A relation between corrosion depth and time was established and used to estimate the severity level for subsequent experiments.

Experimental Result

An experiment was executed and the AE parameters were recorded and labeled. The period of experiment was three hours for each specimen. The data was then undergone a preprocessing step before being fed into classifiers by a linear scaling so that it stayed within the range of $[-1,1]$ and

filtered by an *Adaptive Moving Average* (AMA) [6, 7].

Four classifiers, namely MAP, ML, FFNN and PNN were compared using the same set of data. For the first three methods, data were divided into two sets of equal size: training and testing sets. A set of 2% of data in each class was used to train the PNN for efficiency while the rest was for testing. For MAP and ML classifiers, class-conditional probability distributions were constructed by our semi-parametric learning. An additional set of prior probabilities was also calculated from the training set for MAP classifier using the amounts of data in classes. For FFNN, a single hidden-layer of eight nodes as suggested by our previous work [6] was used.

To reduce variations due to a single experiment, 20 experiments were run for each classifier. In each experiment, the data were randomly selected and separated into training and test sets. The training set was used to construct corresponding model for each classifier. Percentage of correct

Table 1. Overall Performance of Classifiers

Classifier	Correctly Classified Result [%]			
	Min	Max	Avg	Var
MAP	98.97	99.74	99.26	0.010
ML	98.68	99.52	99.03	0.014
FFNN [6]	84.73	98.85	90.65	3.115
PNN [7]	89.62	99.13	97.33	1.418

classification result was treated as its performance and recorded. Table 1 shows overall performance of classifiers from the contest. It can be seen that MAP and ML classifiers not only achieve best average performances but also have smallest variances. This means that on average, MAP and ML classifiers outperform other widely-used classifiers such as FFNN and PNN. Moreover, the semi-parametric learning of the two classifiers

also has very high consistency to reproduce the classifiers of outstanding performances.

Conclusion and Discussions

In this work, we present practical classification techniques based on Bayesian Statistical Decision Theory, namely MAP and ML classifiers. Mixture of Gaussian distributions is used as the class-conditional probability density function for the classifiers. Although, the mixture model has several appealing properties, it still suffers from model-order-selection and initialization problems. A semi-parametric scheme for learning the mixture model is therefore introduced to solve the difficulties. The proposed methods were applied to classify corrosion severity level of Acoustic Emission (AE) signals obtained from the pitting corrosion in stainless steel 304. Conventional FFNN and PNN were brought into the contest to compare its performance. The result showed that our proposed methods gave much lower classification-error rates and also far smaller variances of the classifiers.

Acknowledgments

The authors wish to acknowledge support from “Commission on Higher Education” and “The Thailand Research Fund” and would like to thank Dr. G. Lothongkum for his comments.

References

- [1] C. Jirarungsatean, A. Prateepasen and P. Thungsuk: IE net. conf., Thailand, pp. 376-387, 2002
- [2] R. S. Geng: Key Engineering Materials., Vol. 270-273 (2004), pp. 503-509.
- [3] H. Mazille, R. Rothea and C. Tronel: Corrosion Science, Vol.37, No.9, pp.1365-1375, 1995
- [4] H. Idrissi, H. Mazille, L. Renaud and Y. Cetre: Corrosion Science, 43, 627-641, 2001
- [5] J. Dimopoulos ATTAR: Corrosion Control & NDT, Melbourn, Australia, 2003.
- [6] N. Saenkhum, A. Prateepasen and P. Kaewtrakulpong: IMECE'2003, Washington, D.C., 2003
- [7] C. Jirarungsatean, A. Prateepasen and P. Kaewtrakulpong: Corrosion Control & NDT, Melbourn, Australia, 2003
- [8] R.O. Duda, P.E. Hart, and D.G. Stork: Pattern Classification. John Wiley and Sons, 2001.
- [9] D.M. Titterington, A.F.M. Smith, and U.E. Makov: Statistical Analysis of Finite Mixture Distributions. Wiley, 1985.
- [10] J. Rissanen: In ICPR98, page Invited Talk, 1998.

ภาคผนวก ง

Effect of Sulfuric Acid Concentration on Acoustic Emission Signals Obtained from Uniform-Corrosion

Asa Prateepasen^a Chalermkiat Jirarungsatean^b and Pongsak Tuengsook^c

Department of Production Engineering

King Mongkut's University of Technology Thonburi.

Bangmod, Toong-kru, Bangkok, 10140, Thailand

^aiasaasen@kmutt.ac.th, ^bochatean@kmutt.ac.th, ^cptuengsook@yahoo.com

Keywords: Uniform-corrosion, Acoustic emission, Sulfuric acid, Mild steel.

Abstract. In petroleum industry, corrosion failures of steel structures are common. The severity of corrosion in oil distilleries inorganic compounds is higher than in those of organic compounds. Inorganic compounds such as sulfur are the most influential corrosive activators inside oil or chemical storage tanks. They make the tanks to be inspected and repaired along their life time. In addition the concentration of sulfur compound increases due to the accumulation of the deposit inside the tank, and so does the corrosive rate. In this paper, Acoustic Emission (AE) has been chosen to study the characteristic of AE signals received from the uniform corrosion mechanism of mild steel (A36) in various concentrations of Sulfuric acid (H₂SO₄) solution. AE signals were captured using a board band sensor (WD) and recorded by AE system model LOCAN 320. The relationship between AE signals and sulfur concentrations as well as pH were exhibited.

Corrosion of Storage Tank of Crude Oil [1]

Iron and carbon steel usually have very low corrosion rates in deaerated neutral water and dilute salt solutions. However, the crude oil contains elements of sulfur and soil that may support relatively high corrosion rate attributed to aerobic bacteria. An aerobic bacterium is in the soil and it used oxygen for the growing known as sulfur oxidizing bacteria. This kind of bacteria can oxidize sulfur (S) or thiosulphate (S₂O₃²⁻) to sulfuric acid (H₂SO₄). So the electrochemical reaction for the uniform corrosion involved by sulfuric acid on carbon steel started with a release of electrons at the anodic surface: $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^-$. Then the acceptance of electrons was coupled by hydrogen ions at the cathodic surface: $2e^- + 2H^+ \rightarrow 2H$. These previous reactions is followed by the aerobic corrosion involved with H₂SO₄. The mechanism of aerobic corrosion in H₂SO₄ concentrated solution is expressed as $4Fe + H_2SO_4 + 2H_2O \longrightarrow FeS + 3Fe(OH)_2$. FeS and Fe(OH)₂ are corrosion products from the process. This corrosion process is considered to be a uniform corrosion.

The corrosion monitoring using Acoustic emission (AE) technique is one of applications implemented by AE. Majority of them focused in two groups of corrosion: uniform and localized corrosion [2]. The occurrence of each corrosion form is influenced by corrosive environment and other respected factors. F. Ferrer and E. Andrès showed that the corrosion caused by sulfuric acid solution can be detected by AE technique. And their works studied on active-passive transitions during corrosion process on carbon steel [3]. The advantage of this method requires less accessibility and less time consumable.

Experimental setup

The work planed to study the influence of H₂SO₄ on uniform corrosion by using AE technique. The effect of H₂SO₄ on uniform corrosion can be separated to two ways. One is the effect of pH due to the concentrate of H₂SO₄. The other is the effect of sulfur of the corrosion process. Therefore, this work has two separated experiments. One is the experiment with various pH and the other is the experiment with various concentration of sulfur. The test specimens were prepared from the mild

steel type A36 bars with chemical composition: 0.26%C, 0.80%Mn, 0.04%P, 0.05%S, 0.40%Si, 0.20%Cu, and balanced Fe. The exposed surface was ground mechanically. The surfaces were then cleaned with distilled water, dried in stream of warm air, and were stored overnight in desiccators. In first experiment, the concentration of H_2SO_4 in the solution were varied for each condition testing by referring to the sulfur concentrated in crude oil (0.05-2% by weight) [4] which influences to corrosion process in storage tank of crude oil. The first experiment setup was shown in Fig. 1a where the exposed surface of sample is equal to 57.3 cm^2 in area. For the second experiment (see Fig. 1b), the exposed surface area of A36 sample is 57.3 cm^2 in the solution that pH value was adjusted by H_2SO_4 to be 4.5, 5.0, 5.5, 6.0 and 6.5, respectively. The range of pH refers to the pH value range in the crude oil [4]. The Potentiostat was used to control the electrochemical of corrosion process at the static corrosive potential (E_{corr}). This potential value of each corrosive condition is difference. So the E_{corr} values for each pH adjustment were obtained from polarization curve by potentiodynamic tests.

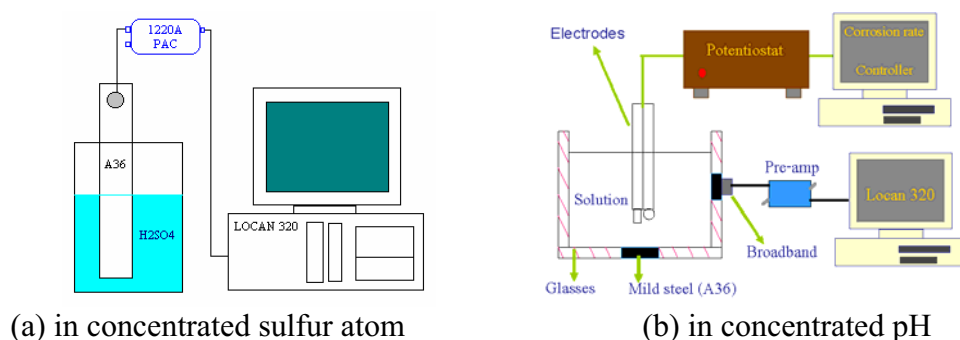


Fig. 1. Schematic representation of the corrosion monitoring by AE

Both experiments had been operated in order to monitor and collect AE signals for 24 hours. A piezoelectric transducer of type board band at corresponding frequency between 0 and 1 MHz from PAC was used to detect the AE signals. Then, the AE signals were filtered by using a 1 MHz low pass filter built in at the pre-amplifier. The gain of amplify is 60 dB. AE parameters were calculated and stored in LOCAN320 (PAC). For each detected AE signal, following acoustic parameters are studied: counts number, duration time, rise time and amplitude. These AE parameters were then analyzed corresponding to the corrosion behavior for each differ corrosive condition testing.

Experimental Results and Discussion

The AE signals in corrosion process were the results from the various corrosion mechanisms: the passive film breakage, the corrosion reaction on the metal surface and the present of corrosion product (hydrogen bubble and metal oxide).

Influence of sulfur concentration. The correlation plot of AE parameters, duration and counts parameter, of uniform corrosion on carbon steel in the solution with 1% by weight sulfur concentration showed the separations of AE parameter data into 2 groups, see Fig. 2. The separated group of AE parameters data came from different AE source. Group A was remarked as AE signal from the breakage of the passive films on the metal surface. One of the reasons by electrochemical explanation in corrosion mechanism is most of AE signal in group A are received at the first hour period which is the passive and re-passive film breakage. This oxide films protect the metal surface from the corrosion. If it broke, the uniform corrosion of carbon steel could start. In generally, the oxide film can form suddenly by itself after its damage, known as re-passivation process. For this work, the solutions with 1% and 0.05% by weight sulfur concentration have high concentration of sulfur atom and low value of pH. So the re-passive film was destroyed again and again. Therefore, AE signals in group A were released. After that the passive film was broken and formed in a moment, until the electrochemical potential of corrosion process exceeded E_{corr} value. In this time, the passive film cannot be produced again so the corrosive solution could attack metal surface directly. As the result of that, the uniform corrosion on the metal's surface started and then the AE

signals were released as data group B. This group, the uniform corrosion at the surface was still going on and emitting the acoustic signal as higher counts number and lower duration group than signals of group A.

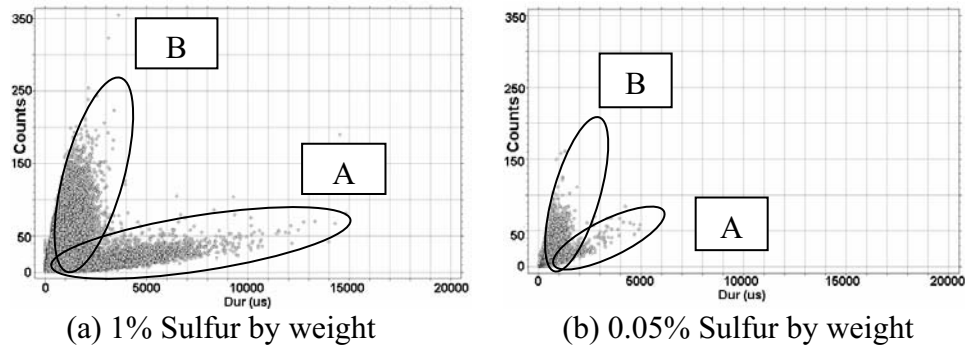


Fig. 2. AE Duration-Counts of different corrosive condition on carbon steel

Table 1. The corrosion rate of sulfur atom concentration corrosive solution

Corrosion Condition	Weight loss in grams	Corrosion rate (mm/yr)
1.00% Sulfur by weight	10.32	98.31
0.05% Sulfur by weight	0.56	5.33

The corrosion rate of 0.05% sulfur atom condition is much less than that of 1.00% sulfur atom condition (Table 1). When we consider the pH value of two corrosive solution of this experiment part, 0.05% by weight sulfur condition had pH value equal to 1.31 and 1.00% by weight sulfur condition had pH value equal to 0.2. These conditions are stronger acid than the condition in crude oil (pH 4-6). Thus the next experimental was discussed about influence of pH value in H_2SO_4 solution.

Influence of pH in Corrosion by H_2SO_4 Solution This part of work, AE monitoring of corrosion tests were in various pH value solution respected to the pH values 4-6 range for crude oil. However, the sulfur atom in this case was slightly changed. From the relation between pH and corrosion rate display in table 2 and the reason mention above, it can be concluded that the difference of pH values show more influence to corrosion rate than the sulfur concentration in H_2SO_4 solution. In addition to consider the correlated plot between AE Duration and Counts for pH 4.5 corrosion tests (Fig. 3), it differed from the result from the previous tests. The AE signal showed only one group

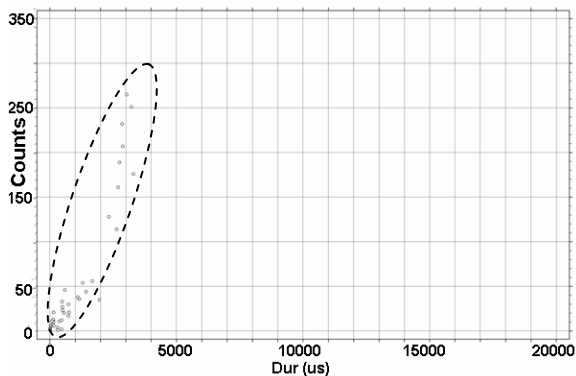


Fig. 3. Duration-Counts of pH 4.5 condition

which came from the breakage of passive film on metal A36 surface, because the electrochemical potential in corrosion process was around E_{corr} where passive film can rebuilt. This effect was same for all conditions in this part of experiments. The electrochemical potential was controlled to have the same value as E_{corr} for corrosion tests in each pH value solution by potentiostat controller. The E_{corr} value and corrosion rate for each condition tests were obtained by polarization curve in potentiodynamic tests and are shown in Table 2.

Table 2. The E_{corr} value and corrosion rate for each pH of H_2SO_4 solution

pH	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5
E_{corr} (Volts)	-0.47577	-0.56130	-0.43673	-0.48407	-0.42576
Corrosion rate(mm/yr)	0.0625	0.0504	0.0432	0.0292	0.0119

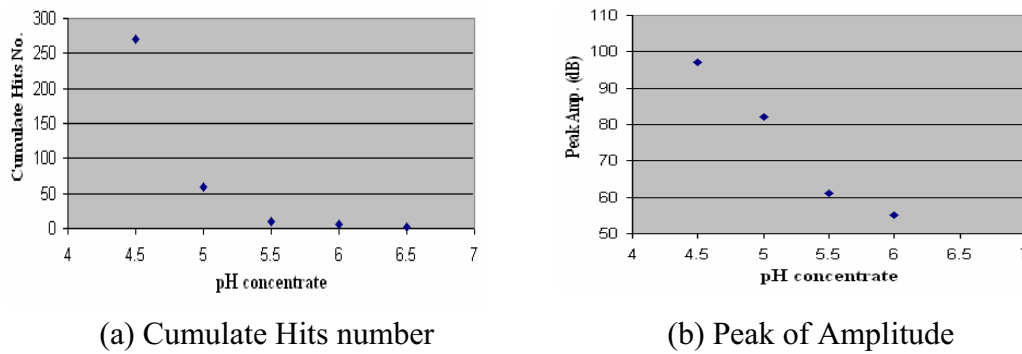


Fig. 4. The AE parameter analyzes for pH concentration of H₂SO₄ solution

The relationships between AE parameter and pH value of H₂SO₄ solution as shown in Fig.4 can be expressed in Eq. 1 and 2.

$$\text{Cumulate Hits number (no.)} = 3 \times 10^6 \times e^{-2.143 \times (\text{pH value})} \quad (1)$$

$$\text{Peak of Amplitude (dB)} = 260 - 36(\text{pH value}) \quad (2)$$

where R-squared of linear equation is 0.9908. In practical the corrosion level such as in tank floor will be graded roughly, for example, in to five grades. This experimental work can be used as useful information to know that AE activity changes with pH concentration.

Summary

The detected AE signals can be analyzed and then describe the effect of the difference H₂SO₄ concentrations for uniform corrosion process. The following conclusions can be drawn:

1. The investigation of scatter plot of AE parameter as Duration-Counts can explain the corrosion mechanism that released acoustic signals with different characteristics.
2. The AE analyzes shows that the difference of pH values has more influence to corrosion rate than the sulfur concentration in H₂SO₄ solution.
3. The cumulate Hits and Amplitude of detected AE signals exhibits correlation to pH concentration via obtained equations which are exponential and linear equation respectively.
4. The long time stored crude oil in storage tanks are tend to have increasing of sulfuric acid concentration due to the bacteria reduce corrosion. The pH value of crude oil increases too. This effect is one main factor of corrosion rate in field. This work studied the effect of difference in sulfuric acid concentration in crude oil which is useful information to predict corrosion rate.

Acknowledgments

The authors wish to acknowledge support from “Commission on Higher Education” and “The Thailand Research Fund”, and would like to thank Dr. G. Lothongkum, Dr. P. Kaewtrakulpong and Mr. C. Jomdecha for their comments.

References

- [1] D. A. Jones: Principles and prevention of corrosion (Prentice-Hall Inc., Singapore 1997)
- [2] Information on <http://www.ndt.net/article/apcndt01/papers/1143/1143.htm>
- [3] K. Darowicki and S. Krakowiak: Corrosion Science, Vol. 45, August 2003, pp. 1747-1756
- [4] G. V. Chilingar: Surface operations in petroleum production (Elsevier, New York 1969)

ภาคผนวก จ

การตรวจับการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มในเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ และรอยเชื่อมด้วยวิธีอะคูสติกอิมิชัน

Uniform Corrosion Monitoring in Low Carbon Steel and Weld using Acoustic Emission

อาษา ประทีปเสน* และ มนตรี กุดั่น**

ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า ธนบุรี

126 ถ.ประชาอุทิศ แขวงบางมด เขตทุ่งครุ กรุงเทพฯ 10140

โทรศัพท์ 0-2872-9472

Email: *, * iasaasen@kmutt.ac.th, ** iamball09@hotmail.com

คำสำคัญ : อะคูสติกอิมิชัน อัตราการกัดกร่อน เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ กรดซัลฟูริก

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการนำการตรวจสอบโดยไม่ทำลายวิธีอะคูสติกอิมิชัน (Acoustic Emission : AE) ทำการตรวจับการกัดกร่อนของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ (Low Carbon Steel) ซึ่งวิธีการตรวจสอบนี้เป็นตรวจับสัญญาณคลื่นเสียงที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของวัสดุ และเป็นการตรวจสอบแบบไม่ทำลายที่มีข้อได้เปรียบกว่าวิธีการตรวจสอบอื่นๆ คือสามารถตรวจสอบวัสดุ อุปกรณ์ ขณะที่กำลังใช้งานอยู่และเป็นการตรวจสอบก่อนที่จะเกิดการเสียหาย จึงสามารถที่จะทำการป้องกัน แก้ไขหรือซ่อมแซมวัสดุ อุปกรณ์ก่อนจะเกิดการเสียหายได้ ซึ่งในการวิจัยจะศึกษาเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการกัดกร่อนกับพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมิชัน (AE-Parameter) โดยนำวัสดุที่ใช้ทำถังพักบรรจุคือเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำชนิด A36 และเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำชนิด A36 ที่ผ่านการเชื่อมด้วยกระบวนการเชื่อมลวดหุ้มฟลักซ์ (SMAW) โดยการเชื่อมใช้ลวดเชื่อมชนิด E7016 มาทดสอบการกัดกร่อนโดยใช้กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ที่มีค่าความเป็นกรด (pH) ต่างกัน 4 ระดับคือตั้งแต่ค่าความเป็นกรด 4.5 ถึง 6 โดยปรับค่าความเป็นกรดช่วงละ 0.5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในระยะเวลา 24 ชั่วโมง ในขณะที่ทำการทดลองได้ควบคุมอัตราการกัดกร่อนให้คงที่ด้วยเครื่องควบคุมการกัดกร่อนด้วยไฟฟ้า (Potentiostat) โดยการควบคุมค่าศักย์ไฟฟ้าให้คงที่เท่ากับค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน (E_{corr}) และได้บันทึกผลทางสัญญาณอะคูสติกอิมิชัน ตลอดการทดลองโดยติดตั้งหัวตรวจสอบอะคูสติกอิมิชัน ไว้ด้านข้างถังพักจำลองผลการวิจัยพบว่าเมื่อสภาวะการกัดกร่อนของวัสดุและกรดซัลฟูริกเปลี่ยนแปลงไป จะส่งผลให้พารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมิชันมีลักษณะของสัญญาณเปลี่ยนแปลงไปด้วย และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการกัดกร่อนกับพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมิชันมีความสัมพันธ์กันในทางสมการคณิตศาสตร์

1. บทนำ

ในปัจจุบันปัญหาทางด้านการกัดกร่อนของวัสดุและอุปกรณ์เป็นปัญหาที่สำคัญยิ่งปัญหาหนึ่ง ของทางอุตสาหกรรม ในด้านการใช้งานและการบำรุงดูแลรักษา การกัดกร่อนจะลดอายุการใช้งานของวัสดุอุปกรณ์ต่างๆ และบ่อยครั้งที่ทำให้ต้องหยุดการทำงานโดยไม่ทราบล่วงหน้าหรือบางครั้งก็เกิดความเสียหายอย่างรุนแรงเกิดขึ้น ซึ่งในการตรวจสอบว่ามี การกัดกร่อนหรือไม่ และการตรวจสอบความรุนแรงของการกัดกร่อนของวัสดุและอุปกรณ์ที่จะตรวจสอบ จะต้องมีขั้นตอน เตรียมการล่วงหน้าก่อนการตรวจสอบหรืออาจจะต้องทำการหยุดการทำงานของเครื่องจักร วัสดุและอุปกรณ์นั้นๆ เช่น การตรวจสอบการกัดกร่อนที่ก้นของถังบรรจุ ก่อนการตรวจสอบการกัดกร่อนจะต้องนำของเหลวที่บรรจุอยู่ภายในถังบรรจุ นั้นออกให้หมดก่อน แล้วจึงจะทำการตรวจสอบการกัดกร่อนได้ ซึ่งบางครั้งการตรวจสอบอาจจะไม่พบสิ่งที่ผิดปกติเลย การตรวจจับวิธีอะคูสติกอิมพัลส์ เป็นวิธีการตรวจสอบแบบไม่ทำลายวิธีหนึ่ง ที่สามารถตรวจจับสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่เกิดขึ้นจากการกัดกร่อน เนื่องจากการกัดกร่อนจะทำให้โครงสร้างของวัสดุเกิดการเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งโครงสร้างที่เกิดการเปลี่ยนแปลงนั้นจะเกิดสัญญาณเสียงเกิดขึ้น ทำให้สามารถตรวจจับสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ได้โดยในปัจจุบันมีการยอมรับ ในการตรวจสอบการกัดกร่อน โดยการตรวจจับการกัดกร่อนด้วยวิธีอะคูสติกอิมพัลส์กันมากขึ้น เพราะการตรวจจับ สัญญาณเสียงด้วยวิธีอะคูสติกอิมพัลส์ สามารถนำมาใช้กับการตรวจสอบแบบเผื่อระวังได้เป็นอย่างดี รวมทั้งสามารถ ตรวจสอบวัสดุและอุปกรณ์โดยที่ไม่ต้องทำการหยุดการทำงานของเครื่องจักรและอุปกรณ์ ดังนั้นการตรวจสอบด้วยวิธี อะคูสติกอิมพัลส์จึงเป็นวิธีการตรวจสอบที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับวัสดุที่เกิดการเปลี่ยนแปลงได้เป็นอย่างดี

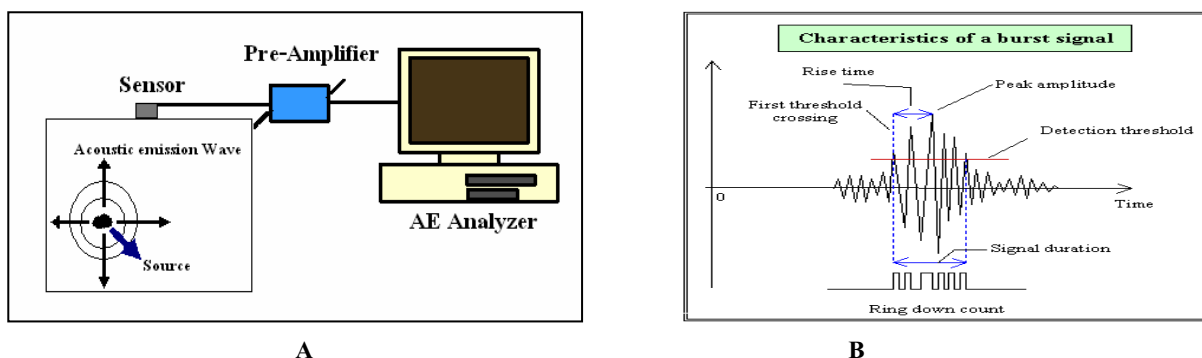
งานวิจัยที่ผ่านมาได้นำวิธีอะคูสติกอิมพัลส์มาตรวจจับการกัดกร่อนโดยวัสดุที่ใช้ในการกัดกร่อนต่างๆกัน ได้แก่ เหล็กกล้าคาร์บอน[1][2] เหล็กกล้าไร้สนิม [3] อลูมิเนียม[4]และ เป็นต้น วิธีการเร่งอัตราการกัดกร่อน การอาศัย สภาพแวดล้อม[5] หรือ สารละลายเป็นตัวเร่งอัตราการกัดกร่อน[6] สำหรับการวิเคราะห์สัญญาณได้ใช้พารามิเตอร์ทาง อะคูสติกอิมพัลส์หลายตัวแปร เช่น ฮิต(Hits)[2] พลังงานเฉลี่ย(AE rms) และแอมพลิจูด เป็นต้น อย่างไรก็ตามความสัมพันธ์ ระหว่างสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตราการกัดกร่อนของวัสดุยังไม่มีผู้ใดรายงานไว้

บทความงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรสัญญาณทางอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตรา การกัดกร่อนของวัสดุ โดยการทดลองจะควบคุมการกัดกร่อนให้มีอัตราการกัดกร่อน 4 ระดับโดยใช้กรดซัลฟิวริกที่มีค่าความ เป็นกรดต่าง ต่างกันและควบคุมการเกิดการกัดกร่อนวัสดุให้คงที่ด้วยเครื่องควบคุมการกัดกร่อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง วัสดุทดสอบที่เลือกใช้ในการทดลองคือ เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำเกรด A36 และเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำเกรด A36 ที่ผ่านการเชื่อม ซึ่งเป็นวัสดุที่ใช้ทำถังพักบรรจุน้ำมันมาทดสอบการกัดกร่อนในถังจำลองโดยติดตั้งหัวตรวจสอบอะคูสติกอิมพัลส์ไว้ ด้านข้างถังจำลองนั้น

2. ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 หลักการการตรวจสอบด้วยวิธีอะคูสติกอิมพัลส์

การปล่อยคลื่นอะคูสติกอิมพัลส์ คือ ปรากฏการณ์ที่คลื่นความยืดหยุ่นแบบชั่วคราวเกิดขึ้นจากการปลดปล่อยพลังงาน อย่างรวดเร็วของแหล่งพลังงานเฉพาะจุดจากภายในเนื้อหรือผิวของวัสดุ ซึ่งการปลดปล่อยคลื่นอะคูสติกอิมพัลส์นี้จะเกิด กลไกของการเสียรูปทรง การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของวัสดุ และ การแตกหักของวัสดุซึ่งได้แก่ การคลาก(Yielding) การเคลื่อนตัว (Dislocation Motion) การขยายตัวของรอยร้าว (Crack Propagation) เป็นต้น ในขณะที่ชิ้นงานกำลังเกิดการ เปลี่ยนแปลงทางกายภาพหรือเกิดความเสียหายจะปล่อยพลังงานกลในรูปของคลื่นเสียงออกมา ดังรูปที่ 1.A พลังงานกลนี้จะ ถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้าเพื่อนำไปวิเคราะห์ความเสียหายที่เกิดขึ้น



รูปที่ 1 A. หลักการการตรวจสอบด้วยวิธีอะคูสติกอิมิชชัน B. พารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมิชชัน

โดยการวิเคราะห์การตรวจสอบจะใช้ พารามิเตอร์ทางอะคูสติกอิมิชชัน ต่างๆ ดังรูปที่ 1 B. ทำการประมวลผล พารามิเตอร์ทางอะคูสติกอิมิชชันที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์หักัน ดังนี้

1. ฮิต(Hits) คือ จำนวนครั้งที่เกิดสัญญาณคลื่นอะคูสติกอิมิชชัน ขึ้น
2. แอมพลิจูดสูงสุด(Peak Amplitude) คือ แอมพลิจูดสูงสุดของสัญญาณคลื่นอะคูสติกอิมิชชันใน 1 ฮิต
3. เคาท์(Count) คือ จำนวนแอมพลิจูดของสัญญาณที่มีค่าสูงกว่าค่าจำกัดเริ่มต้น
4. ไรท์ไทม์(Rise Time) คือ ระยะเวลาระหว่างช่วงตั้งแต่สัญญาณมีค่าสูงกว่าค่าจำกัดเริ่มต้นครั้งแรกจนถึงสัญญาณที่มีค่าแอมพลิจูดสูงสุด
5. ดิวรีชั่น(Duration Time) คือ ระยะเวลาตั้งแต่สัญญาณแรกที่มีแอมพลิจูดสูงกว่าค่าจำกัดเริ่มต้น จนถึงเวลาของแอมพลิจูดของสัญญาณสุดท้ายที่สูงกว่าค่าจำกัดเริ่มต้น
6. พลังงาน(Energy) คือ พลังงานที่มีในสัญญาณของคลื่นอะคูสติกอิมิชชัน โดยค่าพลังงานของคลื่นอะคูสติกอิมิชชัน นี้จะหาได้จากการอินทิเกรตของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์พิเศษตามสมการ ซึ่งค่าพลังงาน(U) นี้จะช่วยในการวิเคราะห์สัญญาณแบบต่อเนื่องที่มีแอมพลิจูดต่ำได้ดี

2.2 การกัดกร่อน กระบวนการทางไฟฟ้าเคมีของการกัดกร่อน การเปลี่ยนแปลงที่ผิวโลหะและอัตราการกัดกร่อน

ในความหมายอย่างกว้าง ๆ การกัดกร่อน คือ การสูญเสียเนื้อโลหะ โดยเกิดปฏิกิริยา กับสิ่งแวดล้อมอาจจะเป็นปฏิกิริยาทางเคมี หรือไฟฟ้าเคมี[8] ลักษณะของการกัดกร่อนจะมีหลายประเภท เช่น การกัดกร่อนแบบสม่ำเสมอ(Uniform) แบบหลุมลึก(Pitting) การกัดกร่อนจากความเค้นตึงค้ำ(Stress Corrosion Cracking) เป็นต้น ในการทดลองนี้จะเป็นลักษณะของการกัดกร่อนแบบสม่ำเสมอ ซึ่งจะเป็นรูปแบบการกัดกร่อนที่พบเห็นได้ทั่วไปเพราะจะเกิดขึ้นมากที่สุดและทำให้เกิดความเสียหายให้กับโลหะมากที่สุด โดยการกัดกร่อนแบบสม่ำเสมอจะเกิดจากโลหะทำปฏิกิริยาเคมีหรือไฟฟ้าเคมีกับสารเคมีในสิ่งแวดล้อมที่มีฤทธิ์กัดกร่อนโดยเกิดทั่วทั้งผิวน้ำของโลหะที่สัมผัสกับสิ่งแวดล้อมนั้น เมื่อเวลาผ่านไปโลหะถูกกัดกร่อนจนบางลงหรือบางจนเกิดความเสียหาย ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดการกัดกร่อนและความรุนแรงในการเกิดการกัดกร่อนมีหลายสาเหตุ เช่น ความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย อุณหภูมิแวดล้อมของวัสดุและสารละลาย ความเข้มข้นของธาตุบางชนิดในสารเคมี อัตราการไหลของสารละลายและโครงสร้างทางจุลภาค เป็นต้น

การกัดกร่อนของโลหะเกือบทั้งหมดจะมีขั้นตอนการเกิดการถ่ายเทประจุไฟฟ้าหรือแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนในสารละลายจะเรียกว่าปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี ในการถ่ายเทประจุไฟฟ้าจะประกอบด้วย 2 ปฏิกิริยาย่อยคือ ปฏิกิริยาออกซิเดชัน

(Oxidation) และปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) เช่นเดียวกับการกัดกร่อนของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำที่ทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริก

ในสภาวะปกติปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีที่ผิวโลหะจะดำเนินไปด้วยอัตราเร็วคงที่ค่าหนึ่ง ตามปริมาณอิเล็กตรอนที่แลกเปลี่ยนกัน เมื่อการให้และรับอิเล็กตรอนที่ผิวโลหะดำเนินไปชั่วเวลาหนึ่ง ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ผิวโลหะจะเปลี่ยนไปทางเป็นลบมากขึ้น ทั้งนี้เพราะอิเล็กตรอนมาคั่งรอเกิดปฏิกิริยาที่ผิวตรงรอยต่อของโลหะกับสารละลาย แสดงว่าในเวลานั้นปฏิกิริยาไม่ได้ดำเนินไปเร็วเท่าจำนวนอิเล็กตรอนที่มีอยู่ในระบบ อิเล็กตรอนที่มีมากที่ผิวทำให้ศักย์ไฟฟ้าของโลหะเปลี่ยนแปลงไปทางลบมากขึ้นเรียกว่า เกิดการเปลี่ยนแปลงที่ผิวหน้าของโลหะ ซึ่งมีผลต่ออัตราการกัดกร่อน การเปลี่ยนศักย์ไฟฟ้าที่ผิวโลหะแบบนี้จัดเป็น Cathodic Polarization ในทางตรงข้าม ถ้าอิเล็กตรอนที่ผิวโลหะไม่เพียงพอทำให้ศักย์ไฟฟ้าที่ผิวโลหะมีค่าเป็นบวกมากขึ้นและส่งผลต่ออัตราการกัดกร่อนให้เพิ่มมากขึ้น เหตุการณ์นี้เรียกว่า Anodic Polarization

โลหะในสารละลายจะมีค่าศักย์ไฟฟ้าที่ผิวที่ภาวะสมดุลค่าหนึ่ง เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน (E_{corr}) และ กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน (I_{corr}) มีค่าขึ้นกับอัตราการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนของปฏิกิริยาออกซิเดชันและปฏิกิริยารีดักชัน ถ้าศักย์ไฟฟ้าที่ผิวเพิ่มขึ้นจนมีค่าสูงกว่าค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน จะส่งผลให้อัตราการกัดกร่อนจะลดลง และค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนจะมีค่าผกผันกับค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อน ดังนั้น ศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน คือ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้การเกิดปฏิกิริยาที่สมดุลระหว่างปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะและปฏิกิริยารีดักชันของสารละลาย และ กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน คือ ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดจากการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนของปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะและปฏิกิริยารีดักชันของสารละลาย ที่มีสภาวะที่สมดุลและเหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาระหว่างโลหะและสารละลาย

การตรวจสอบการกัดกร่อนเป็นการประเมินคุณภาพของคุณลักษณะของการกัดกร่อนซึ่งจะแสดงอยู่ในรูปของอัตราการกัดกร่อน อัตราการกัดกร่อนเป็นอัตราการสูญเสียโลหะในช่วงเวลาหนึ่ง หน่วยของอัตราการกัดกร่อนที่นิยมใช้ คือ Mills Per Year (MPY) (1 Mil = 0.001 นิ้ว) หรือ มิลลิเมตรต่อปี (mmPY) โดยวิธีการหาอัตราการกัดกร่อน จะมี 2 วิธี คือ ใช้การคำนวณค่าน้ำหนักที่หายไป และ วิธีไฟฟ้าเคมี ในที่นี้จะกล่าวถึงการหาวิธีอัตราการกัดกร่อนวิธีไฟฟ้าเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้เท่านั้น โดยการหาอัตราการกัดกร่อนวิธีนี้จะเป็นการหาค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนของโลหะตัวอย่างที่ใช้เป็นขั้วอะโนดในเซลล์ไฟฟ้าของการกัดกร่อนที่มีสารละลายที่สัมผัสโลหะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยควบคุมให้ความเข้มข้นของสารละลาย อุณหภูมิ และค่าความเป็นกรดของสารละลาย เป็นต้น ให้เหมือนกับสภาวะจริง เมื่อได้ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนแล้วจะนำไปคำนวณหาอัตราการกัดกร่อนโดยสมการนี้

$$\text{Corrosion Rate (mmPY)} = \frac{I_{corr} * E_w * 10}{(D * 96500)} \quad (2.1) [7]$$

โดย I_{corr} = ค่าลอการิทึมของค่าความหนาแน่นกระแส (แอมป์ / ตารางเซนติเมตร)

D = ความหนาแน่นของวัสดุทดสอบ (กรัม / ลูกบาศก์เซนติเมตร)

E_w = Equivalent weight (กรัม / Equivalent)

ซึ่ง $E_w = AW / N$

โดย AW = น้ำหนักของอะตอม

N = จำนวนประจุไฟฟ้าที่แลกเปลี่ยนในปฏิกิริยา

2.3 แหล่งกำเนิดสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่เกิดจากการกัดกร่อน[8]

แหล่งกำเนิดของสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ของโลหะภายใต้สภาวะการกัดกร่อนระหว่างสารละลายกับวัสดุสามารถเกิดขึ้นได้จากหลายสาเหตุ เช่น การชนจากการไหลของสารละลายที่ผิวหน้าวัสดุ หรือ สัญญาณทางไฟฟ้าที่เป็นตัวเร่งให้เกิดการกัดกร่อน แต่โดยทั่วไปมีการยอมรับว่าแหล่งกำเนิดจะเกิดจากปรากฏการณ์ต่างๆ คือ 1. การหลุดและการแตกของฟองก๊าซ ฟองก๊าซจะเกิดจากการทำปฏิกิริยาของโลหะและสารละลาย ฟองที่เกิดขึ้นได้ของเหลวบริเวณสัมผัสเนื้อโลหะจะก่อให้เกิดปฏิกิริยาการเคลื่อนไหวจากการสั่นสะเทือนบนผิวหน้าระหว่างของเหลวและโลหะ ทำให้อนุภาคโลหะค่อยๆ เชื้อหลุดจากบริเวณผิว ซึ่งแรงที่เกิดขึ้นนี้จะผ่านไปสู่วิวเนื้อวัสดุ เมื่อฟิล์มเกิดการแตกผิวหน้าของวัสดุจะเกิดการเคลื่อนไหวที่ซับซ้อนมาจากแรงที่กระทำและจะส่งสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ออกมาทำให้ตรวจจับได้ จากนั้นจึงนำสัญญาณที่ได้มาทำการวิเคราะห์ต่อไป ซึ่งจากการวิเคราะห์นั้นสามารถบอกได้ถึงความสัมพันธ์ระหว่างเกิดการกัดกร่อน กับค่าตัวแปรทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่เกี่ยวข้องได้ 2.การเคลื่อนตัวของเนื้อโลหะที่เกิดจากการกัดกร่อน เมื่อโลหะทำปฏิกิริยากับสารละลาย จะทำให้โลหะเกิดการสูญเสียเนื้อของโลหะเกิดขึ้น ซึ่งจะหลุดตัวออกมาจากโลหะเป็นเศษผง การหลุดตัวออกมานั้นจะทำให้เกิดสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์เกิดขึ้น

3.วิธีการทดลอง

การทดลองจะแบ่งออก 2 ขั้นตอน คือ

- 3.1 การทดลองหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อน เพื่อนำไปควบคุมการกัดกร่อนด้วยเครื่องควบคุมการกัดกร่อนด้วยไฟฟ้าในการทดลองต่อไป
- 3.2 การทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางอะคูสติกอิมพัลส์ กับ อัตราการกัดกร่อนของวัสดุ

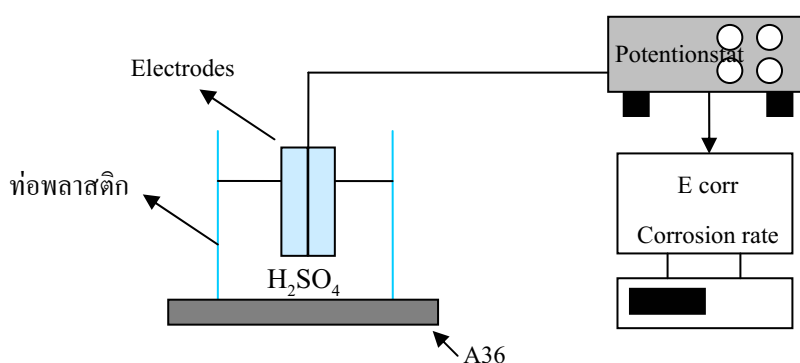
3.1 การทดลองหาค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อน

การทดลองใช้เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำเกรด A 36 และเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำชนิด A 36 ที่ผ่านการเชื่อมด้วยกระบวนการเชื่อมลวดหุ้มฟลักซ์ โดยการเชื่อมใช้ลวดเชื่อมชนิด E7016 ซึ่งงานมีขนาด $5 \times 5 \times 0.5$ เซนติเมตร และผ่านการเตรียมผิวชิ้นงานโดยการขัดด้วยกระดาษน้ำเบอร์ 180,1000 และ 1200 นำชิ้นงานนั้นติดไว้ที่ ปลายท่อพลาสติกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.4 เซนติเมตร สูง 9 เซนติเมตร ภายในบรรจุสารละลายกรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรด ต่างๆ กัน 4 ระดับ คือ 4.5 5 5.5 และ 6 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน และ อัตราการกัดกร่อนของวัสดุ การบันทึกและประมวลผลใช้ เครื่องควบคุมการกัดกร่อนด้วยไฟฟ้า (Potentionstat Solarton รุ่น 1284) แสดงดังรูปที่ 2.

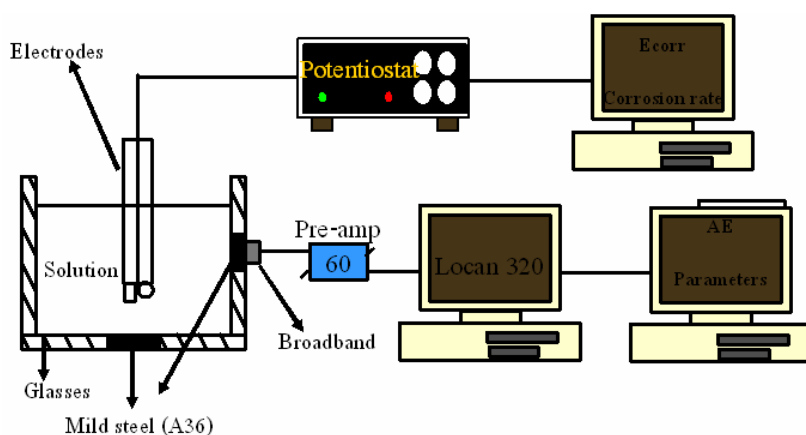
3.2 การทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตราการกัดกร่อน

การทดลองใช้เหล็กกล้าคาร์บอนต่ำชนิด A 36 และเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำชนิด A 36 ที่ผ่านการเชื่อมด้วยกระบวนการเชื่อมลวดหุ้มฟลักซ์ โดยการเชื่อมใช้ลวดเชื่อมชนิด E7016 ซึ่งผ่านการเตรียมผิวหน้าดังเช่นที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.1 นำชิ้นงานนั้นติดไว้ตรงตำแหน่งพื้นถึงจำลองที่มีขนาด $30 \times 50 \times 30$ เซนติเมตร ที่ทำจากกระจกใส ซึ่งเจาะรูวงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร ที่ตำแหน่งกึ่งกลางของพื้นและกึ่งกลางผนังของถังจำลอง สารละลายคือกรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดต่างๆ กัน 4 ระดับคือตั้งแต่ ค่าความเป็นกรด 4.5 ถึง ค่าความเป็นกรด 6 โดยปรับค่าความเป็นกรดช่วงละ 0.5 คือ 4.5 , 5 , 5.5 และ 6 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในถังจำลองการทดลอง ในขณะที่ทำการทดลองได้

ควบคุมอัตราการกัดกร่อนให้คงที่ด้วยเครื่องควบคุมการกัดกร่อนด้วยไฟฟ้า โดยตั้งค่าศักย์ไฟฟ้ากัดกร่อนมีค่าเท่ากับค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน แต่ละค่าความเป็นกรดในแต่ละระดับ วัฏจักรที่ ซึ่งได้จากการทดลองที่ 3.1(แสดงในตารางที่ 1) แล้วปล่อยทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง การบันทึกข้อมูลทำการบันทึกด้วยอะคูสติกอิมพัลส์ โดยติดตั้งหัวตรวจสอบอะคูสติกอิมพัลส์ชนิด Broad Band ซึ่งจะสามารถรับสัญญาณในช่วงความถี่ 100 – 1,000 กิโลเฮิร์ต ไว้บนเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ เกรด A 36 ที่ผ่านการเคลือบผิวเพื่อป้องกันการกัดกร่อนด้านข้างถึงจำลอง โดยสัญญาณที่เข้ามาจากหัวตรวจสอบจะถูกทำการขยายสัญญาณด้วยอุปกรณ์ขยายสัญญาณเบื้องต้น(Pre-amplifier) ซึ่งจะตั้งค่าการขยายสัญญาณไว้ที่ 60 dB และจะวิเคราะห์ประมวลผลบันทึกพารามิเตอร์ต่างๆทางอะคูสติกอิมพัลส์ด้วย เครื่อง AE Location Analyzer 320(LOCAN 320) โดยจะตั้งขีดเริ่มเปลี่ยน(Threshold) ไว้ที่ 45 dB การติดตั้งอุปกรณ์ต่างๆดังแสดงในรูปที่ 3.



รูปที่ 2. การติดตั้งอุปกรณ์การทดลองหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อน



รูปที่ 3. การติดตั้งอุปกรณ์การทดลองหาความสัมพันธ์ของสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์กับการกัดกร่อนในระดับอัตราการกัดกร่อนต่างๆ

4.ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 ผลการทดลองการหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อนกับระดับค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริก

จากการทดลองที่ 3.1 จะได้ค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน แล้วนำไปคำนวณหาค่าอัตราการกัดกร่อนโดยใช้สมการที่ 2.1 ของแต่ละระดับค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกกับเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ เกรด A36 และเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำ เกรด A36 ที่ผ่านการเชื่อมได้ดังตารางที่ 1.

ตารางที่ 1. ผลการทดลองหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อน จากการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบ

ผลการทดลองหาค่า E corr I corr และ Corrosion rateของเหล็กกล้าคาร์บอนต่ำกับกรด H ₂ SO ₄			
pH	E corr(Volts)	I corr(amp/cm ²)	Corrsion rate(mm / year)
pH 4.5	-0.47577	3.64E-05	0.0625
pH 5	-0.5613	1.15E-05	0.0504
pH 5.5	-0.43673	8.66 E-06	0.0432
pH 6	-0.48579	1.27E-06	0.0292
Weldment pH 5	-0.47319	5.17E-05	0.06

จากตารางที่1. พบว่าเมื่อทำการเปลี่ยนค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนจะเปลี่ยนแปลงไป ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนและอัตราการกัดกร่อนของการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบ จะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกเพิ่มขึ้น และเมื่อวัสดุทดสอบต่างชนิดค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนเปลี่ยนแปลงไปด้วย ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนของวัสดุทดสอบที่ผ่านการเชื่อมจะมีค่าที่สูงกว่าวัสดุทดสอบ และอัตราการกัดกร่อนของวัสดุทดสอบที่ผ่านการเชื่อมจะมีค่าที่สูงกว่าวัสดุทดสอบ เนื่องจากวัสดุที่ผ่านการเชื่อมซึ่งจะมีโครงสร้างเป็น มาเทนไซด์ โครงสร้างทางจุลภาคประเภทนี้จะส่งผลให้อัตราการกัดกร่อนของการกัดกร่อนบนวัสดุสูงขึ้น

4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางอะคูสติคมิชชั่นกับการกัดกร่อนในระดับอัตราการกัดกร่อนต่างๆ

ผลของการวิจัยในส่วนนี้จะเป็นผลการทดลองที่ 3.2 ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 ส่วน ดังนี้

4.2.1 ผลการวิจัยทางตัวแปรทางการกัดกร่อน

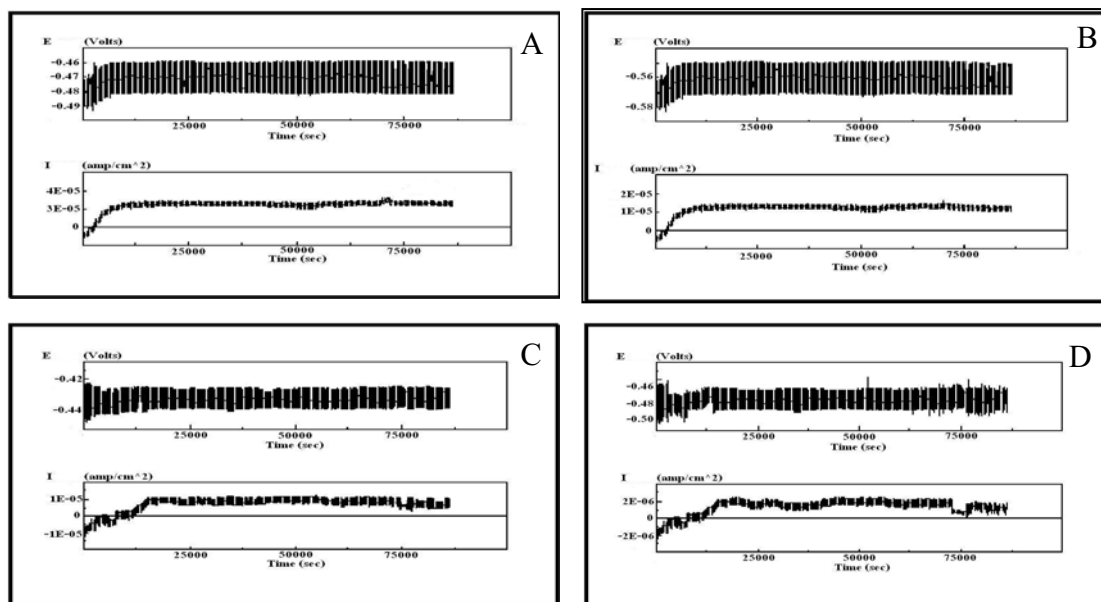
4.2.2 ผลการวิจัยหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรทางสัญญาณอะคูสติคมิชชั่นกับอัตราการกัดกร่อน

4.2.3 ผลการวิจัยการเปรียบเทียบสัญญาณอะคูสติคมิชชั่นที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนบนวัสดุต่างชนิด

4.2.1 ผลการวิจัยทางตัวแปรทางการกัดกร่อน

ผลการวิจัย ในด้านการกัดกร่อนด้วยการปรับค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริก เท่ากับ 4.5 5 5.5 และ 6 ที่เกิดขึ้นตลอดการทดลองเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ไม่มีเกิดฟองก๊าซเกิดขึ้นในระบบการทดลอง ลักษณะการกัดกร่อนที่เกิดขึ้นในการทดลองบนวัสดุทดสอบเป็นการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์ม ลักษณะทางกายภาพผิวของวัสดุทดสอบที่ผ่านการทดลองมีสีน้ำตาลแดงปนสีดำ เมื่อนำข้อมูลทางด้านการกัดกร่อนที่ได้จากการทดลอง ทำการประมวลผลโดยโปรแกรมประมวลผลตัวแปรทางการกัดกร่อน จะได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนกับเวลา และ

กระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนกับเวลา ดังรูปที่ 4. แสดง ผลการทดลองกรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 4.5 5.5 และ 6 ตามลำดับ ดังนี้

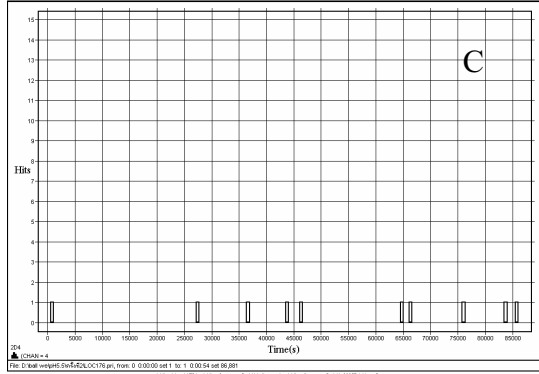
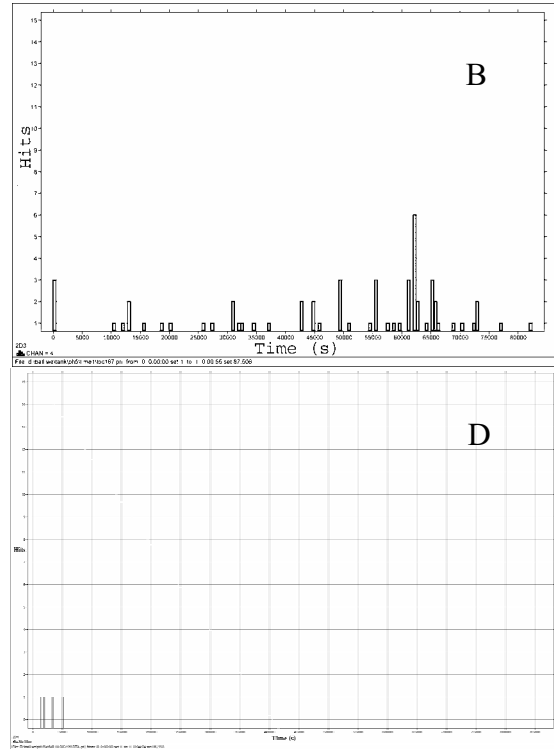
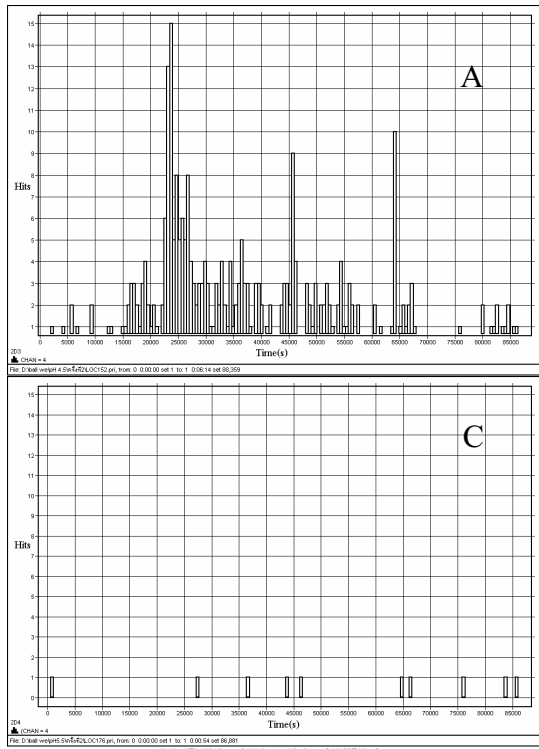


รูปที่ 4. กราฟศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนเทียบกับเวลาและค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนเทียบกับเวลาของการทดลอง โดยใช้กรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 4.5(A) 5.5(B) 5.5(C) และ 6(D)

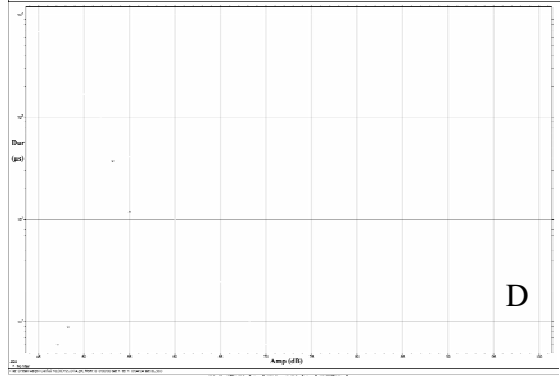
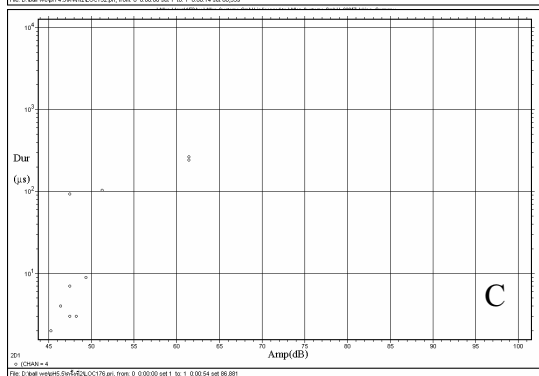
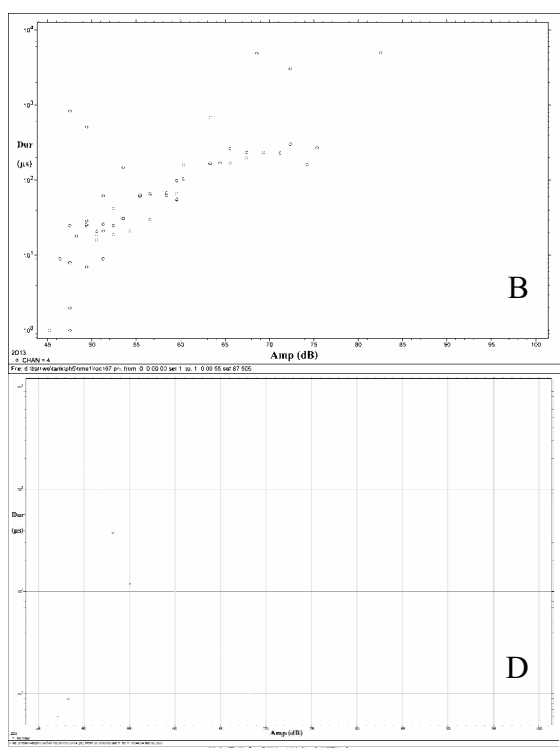
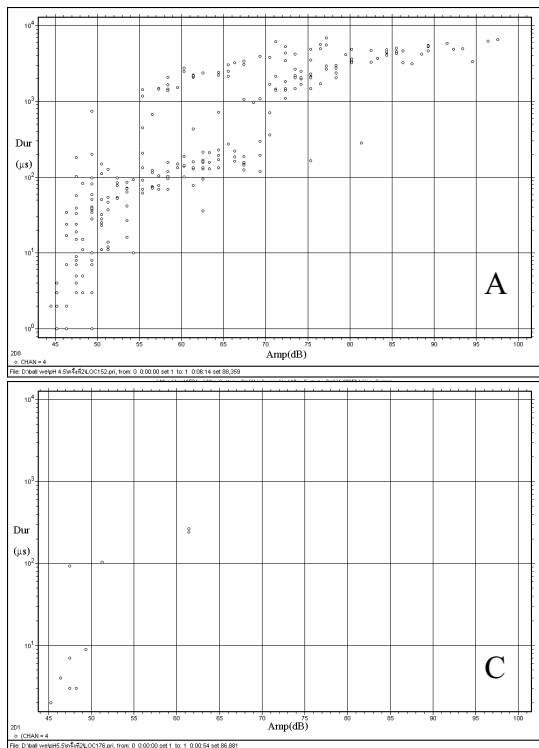
จากการทดลองพบว่าข้อมูลจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ ส่วนแรก ช่วงเวลา 0 – 20,000 วินาที ค่าศักย์ไฟฟ้าและค่ากระแสไฟฟ้า เมื่อเทียบช่วงเวลานี้กับการกัดกร่อน พบว่าเป็นช่วงที่พาสซีฟฟิล์ม ของวัสดุทดสอบแตกตัว ทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าการกัดกร่อนและค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนเกิดการแกว่งตัว ซึ่งส่งผลต่ออัตราการกัดกร่อนจะไม่คงที่เช่นกัน และส่วนที่ 2 ช่วงเวลา 20,000 วินาที จนครบเวลาการทดลอง ค่าศักย์ไฟฟ้าและค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อน จะลู่เข้าสู่ค่าคงที่ พบว่าจะลู่เข้าสู่ค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อนและค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อการกัดกร่อน ซึ่งจะได้อัตราการกัดกร่อนเท่ากับผลการทดลองที่ 4.1 (ตารางที่ 1.) เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าการกัดกร่อนคงที่ ก็จะทำการห้ออัตราการกัดกร่อนคงที่ด้วย ซึ่งส่วนที่ 2 นี้ จะเป็นช่วงเวลาที่สามารถนำไปเปรียบเทียบกับตัวแปรทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ ในการวิเคราะห์ผลขั้นต่อไป

4.2.2 ผลการวิจัยหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตราการกัดกร่อน

จากการทดลองพบว่าเมื่ออัตราการกัดกร่อนเพิ่มขึ้น (ค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกทดลอง) สัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จะมีพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ ที่เพิ่มขึ้นด้วย แต่พารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์บางตัวแปรไม่สามารถวิเคราะห์ความสัมพันธ์ ในการทดลองได้ ดังนั้นในการวิเคราะห์ข้อมูลในงานวิจัยนี้ จะเลือกพารามิเตอร์สัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ ที่สามารถสร้างความสัมพันธ์กับอัตราการกัดกร่อนได้ ดังรูปที่ 5.1 และ 5.2 เป็นตัวอย่างพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่มีแนวโน้มมีความสัมพันธ์ทางสมการคณิตศาสตร์กับอัตราการกัดกร่อน



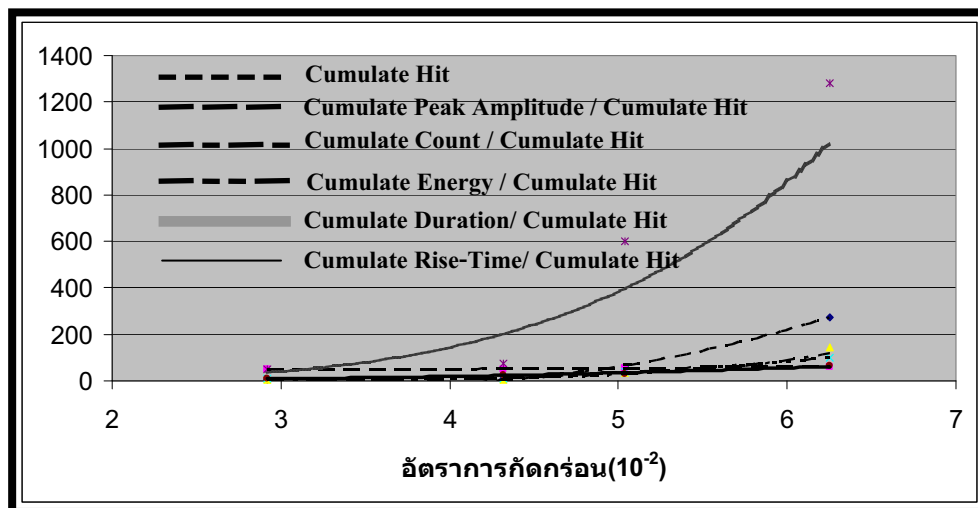
รูปที่ 5.1 พารามิเตอร์ฮิตเทียบกับเวลาที่ได้จากการทดลอง
โดยใช้กรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 4.5(A) 5(B) 5.5(C) และ 6(D)



รูปที่ 5.2 พารามิเตอร์แอมพลิจูดเทียบกับพารามิเตอร์ดูเรชั่นที่ได้จากการทดลอง
โดยใช้กรดซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 4.5(A) 5(B) 5.5(C) และ 6(D)

จากรูปที่ 5.1 และ 5.2 เมื่อค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกลดลง พารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์จะแนวโน้มมีค่าที่เพิ่มขึ้นทั้งพารามิเตอร์ฮิต แอมพลิจูด และดูเรชั่น

เมื่อนำพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ต่าง ๆ ที่มีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกลดลงที่ได้จากการทดลองของแต่ละการทดลอง มาสร้างความสัมพันธ์กับอัตราการกัดกร่อนของแต่ละค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกที่ได้จากการทดลองที่ 3.1 โดยใช้โปรแกรมทางคณิตศาสตร์ ได้ดังรูปที่ 6.



รูปที่ 6. ความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตราการกัดกร่อนของวัสดุ

จากรูปที่ 6. เมื่อสร้างเส้นแนวโน้มความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ต่าง ๆ กับอัตราการกัดกร่อนแล้ว จากนั้นนำเข้าสู่โปรแกรมคำนวณทางสถิติ เพื่อสร้างสมการทางคณิตศาสตร์ในการอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์กับอัตราการกัดกร่อนของวัสดุ โดยการสร้างสมการทางคณิตศาสตร์นี้จะสร้างสมการที่มีความเชื่อมั่นมากกว่า 90% ขึ้นไป ซึ่งได้ทางสมการคณิตศาสตร์ดังนี้

$$\text{จำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} = 6.0397(\text{อัตราการกัดกร่อน})^2 - 38.473(\text{อัตราการกัดกร่อน}) + 62.546$$

$$\begin{aligned} \text{แอมพลิจูดสูงสุดรวมต่อจำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} &= -3.6416(\text{อัตราการกัดกร่อน})^2 \\ &+ 44.006(\text{อัตราการกัดกร่อน}) - 72.721 \end{aligned}$$

$$\text{ตัวแปรเคาท์รวมต่อจำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} = 0.0122 e^{1.4816(\text{อัตราการกัดกร่อน})}$$

$$\begin{aligned} \text{ตัวแปรพลังงานรวมต่อจำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} &= 9.1284(\text{อัตราการกัดกร่อน})^2 \\ &- 60.374(\text{อัตราการกัดกร่อน}) + 102.35 \end{aligned}$$

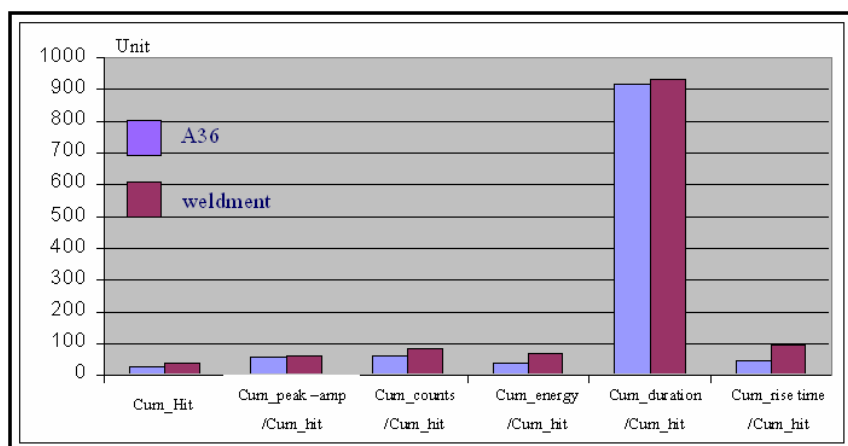
$$\text{ตัวแปรดูเรชั่นรวมต่อจำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} = 0.0022(\text{อัตราการกัดกร่อน})^{7.4028}$$

$$\text{ตัวแปรไรท์ไทม์รวมต่อจำนวนสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์รวม} = 0.0418(\text{อัตราการกัดกร่อน})^{4.1208}$$

4.2.3 ผลการวิจัยการเปรียบเทียบสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบและรอยเชื่อม

เมื่อนำพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบโดยค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกเท่ากับ 5 และพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบที่

ผ่านการเชื่อมโดยค่าความเป็นกรดของกรดซัลฟูริกเท่ากับ 5 เปรียบเทียบดังรูปที่ 7. พบว่าพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้นั้นมีจำนวนที่แตกต่างกัน โดยที่การกัดกร่อนวัสดุที่ผ่านการเชื่อมโดยใช้ซัลฟูริกที่มีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 5 จะตรวจจับพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ได้เป็นจำนวนที่มากกว่าการกัดกร่อนบนวัสดุทดสอบ



รูปที่ 7. การเปรียบเทียบสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนบนวัสดุต่างชนิด

ผลจากการวิจัยนี้จะเป็นการยืนยัน การวิเคราะห์ผลการวิจัยว่าเมื่ออัตราการกัดกร่อนเพิ่มขึ้นลักษณะสัญญาณทางอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จะมีลักษณะที่เปลี่ยนแปลงไป พบว่าสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนจะขึ้นอยู่กับอัตราการกัดกร่อนบนพื้นผิววัสดุ

5.สรุป

จากการวิจัยนี้สามารถสรุปได้ดังนี้

- 1.การตรวจสอบโดยไม่ทำลายด้วยวิธีอะคูสติกอิมพัลส์ สามารถตรวจสอบการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มได้
- 2.สามารถสร้างความสัมพันธ์ระหว่างพารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ กับอัตราการกัดกร่อนและสามารถอธิบายได้ด้วยสมการทางคณิตศาสตร์
- 3.การตรวจสอบโดยไม่ทำลายด้วยวิธีอะคูสติกอิมพัลส์สามารถทำนายอัตราการกัดกร่อนของการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มได้
- 4.พารามิเตอร์ทางสัญญาณอะคูสติกอิมพัลส์ที่ตรวจจับได้จากการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มจะขึ้นอยู่กับอัตราการกัดกร่อนของการกัดกร่อนแบบยูนิฟอร์มที่เกิดขึ้นบนวัสดุ

6. กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยและสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำหรับทุนสนับสนุนการวิจัย ดร.พงษ์ศักดิ์ ถึงสุข อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ และ นายเฉลิมเกียรติ จิระรุ่งเสถียร นักวิจัยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี สำหรับคำปรึกษา แนะนำและเสนอแนะแนวคิดเห็นในการทำวิจัยฉบับนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

7.เอกสารอ้างอิง

- [1] J Dimopoulos ATTAR , Acoustic Emission as a Corrosion Monitoring Tool for Above Ground Storage Tanks , Corrosion Control and NDT-2003 ; 037.
- [2]. Frederic Ferrer,Thierry,Faure,Jean Goudiakas,Eric Andres, Acoustic emission study of active-passive transitions during carbon steel erosion-corrosion in concentrated sulfuric acid ,Corrosion Science 44 , 2002 ;1529-1540
- [3] เฉลิมเกียรติ จิระรุ่งเสถียร , อาษา ประทีปเสน และ พงษ์ศักดิ์ ถึงสุข. การตรวจจับการกัดกร่อนด้วยอะคูสติกอิมิชัน, การประชุมวิชาการทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุแห่งประเทศไทย ,2545 ; 152 – 154
- [4] Rong, S. G., Corrosion-related Acoustic Emission and Its Identification, *10th APCNDT* BRISBANE 2001
- [5] Retting,TW,Acoustic Emission Method for Monitoring Corrosion Reactions,Corrosion,32(4), 1976;121-126
- [6] Phillip T. Cole, Stephen N. Gautrey , Development History of the Tankpac AE Tank Floor Corrosion Test., NDT.net ,September 2002;Vol 7.No 09 .
- [7] Jones, D. A.. Principles and Prevention of Corrosion , 2nd ed. Prentice Hall, Upper Saddle River, NJ ,1996
- [8] F.Bellenger ,H.Mazille , H.Idrissi , Use of acoustic emission technique for the early detection of aluminium alloys exfoliation corrosion, NDT&E International 35,2002 ;385-392

ภาคผนวก จ

A Study on Source Location Using an Acoustic Emission System for Various Corrosion Types

C. Jomdecha¹, A. Prateepasen¹ and P. Kaewtrakulpong²

¹Department of Production Engineering

²Department of Control system and Instrumentation Engineering

King Mongkut's University of Technology Thonburi

126 Prachautid, Bangmod, Toongkru, Bangkok, Thailand 10140.

ABSTRACT

In this paper, four main types of corrosion; uniform, pitting, crevice and stress corrosion cracking (SCC) found in petrochemical industry were characterized and identified by Acoustic Emission (AE) analysis using their locations and extracted AE parameters. A novel low-cost AE location system based on an FPGA-PC and a LOCAN 320 AE analyzer were utilized in this study. Specimens used in experiments were austenitic stainless steel SS304. Pattern of AE signals from each type of corrosions was plotted using their locations and correlations. Experimental results show the ability of our FPGA-PC system to locate corrosion locations. The correlations of AE parameters including amplitude, count, hit and time were used to identify different types of corrosions. In addition, the characteristic of corrosion process for each type is explained using the obtained AE signals corresponding to the source locations, together with experimental observation.

Keyword: Acoustic emission, corrosion, FPGA-PC, location.

INTRODUCTION

In several industries especially petrochemicals, corrosion is one of the main causes of catastrophes to their structures and components. They are frequently found in hazardous zones where structures or components in an unventilated area bear heavy loads. Storage tanks, pressure vessels and pipes are gradually corroded by chemical or

electrochemical reactions within its environment. Main types of corrosion frequently found are pitting and uniform corrosions; however, crevice and stress corrosion cracking are also highly concerned. Hence, periodically inspections are necessary to prevent the destruction from corrosion. Several conventional Non-destructive testing techniques such as Electromagnetic Test have been applied to locate and determine its severity. However, these techniques require a great deal of process disruption and preparation, for example, drainage of material from inspection specimens.

Acoustic Emission (AE) inspection has been introduced to the problem and gained popularity thank to its real time response. AE allows contiguous monitoring of the inspection area without process interruption. Since low-level elastic waves is generated within material throughout corrosion process, the AE can be applied to detect and monitor the corrosion [1, 2]. The AE activity from the corrosion source was explained by several assumptions such as the hydrogen bubbles nucleation, evolution of hydrogen bubbles closed to the pits and damage of specimen in pitting corrosion.

For locating corrosions, the AE signals, obtained from a suitable transducer array using proprietary equipment and techniques [3-5], are analyzed to locate the corrosion source. Typically, the techniques to operate equipment and array of the AE sensors are proprietary. A number of location data from detected AE activities were used to infer the relative severity of corrosion.

However, the corrosion mechanism and the detection of various corrosion types were not clearly identified. At the present, a number of researches have been done in the area of detecting and classifying severity levels of corrosion detected by AE inspection. Uniform and pitting types of corrosion are the main subjects of these works [6, 7]; however, other types of dangerous corrosion such as crevice and stress corrosion cracking are not often considered [8, 9]. The reason is probably that the characteristics of these corrosions detected by NDE techniques are still unclear.

Consequently, this paper presents a study on determining location and type of corrosion cracking by AE. AISI304 austenitic stainless steel is selected as material in this work. Corrosive solution and electrochemical method is used to control corrosion processes. A novel low-cost AE source-location system using an FPGA-PC configuration have been constructed and employed to detect weak AE signals generated from corrosion sources. A Field Programmable Gate Array (FPGA) was designed to determine the arrival time difference with a high speed

counter. The AE instrument LOCAN320 was used to analyze and store the AE parameters. Two dimension technique of arrival time difference was use to locate and hit time of AE using our system. Correlations of analyzed AE parameters were utilized to describe the corrosion characters and their mechanism patterns. Measurement data were transmitted to PC for analyzing the corrosion source locations and number of hits.

THEORY

Corrosion returns the metal to its combined state in chemical compounds that are similar to the minerals of extracted metals. Thus, corrosion has been called *extractive metallurgy in reverse* and, all aqueous corrosion reactions are considered to be electrochemical. Most reactions involve water in either liquid or condensed vapor forms. The reaction that produced corrosion is depicted in Figure 1.

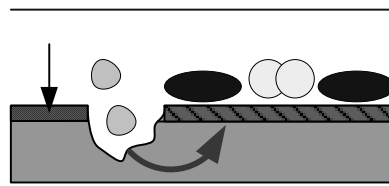
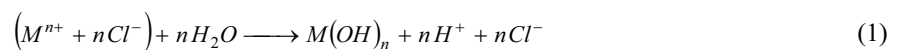


Figure 1 Corrosion mechanism

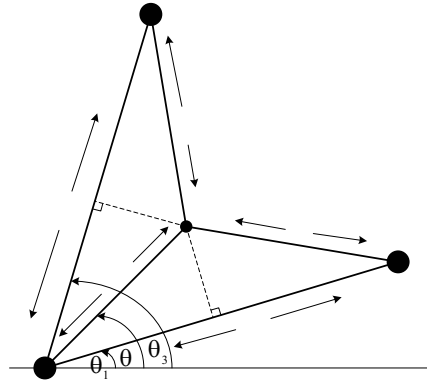
From Figure 1, Anodic reaction is the dissolution of metallic ions through the passive film, and Cathodic reaction is involved the dissolved oxygen whereas M indicates the metal. In a chloride-containing medium, the metallic ions reaction is represented by



where n is the valency of the dissolved ions. Chromium ions are presented in the stainless steel ($M^{n+} = Cr^{+++}$).

Since various AE signals are generated throughout the corrosion process. AE activity from corrosion sources was reported with many assumptions such as the hydrogen bubbles nucleation, evolution of hydrogen near pits, damage of material in pitting corrosion mechanism etc. The detected AE parameters of corrosion were analyzed using several relations and reported that the AE signals could be divided into two groups, signals generated from corrosion and from non-corrosion. Examples of the later are movement of hydrogen bubbles and the stress applied to specimen in case of SCC.

Two-dimensional data of AE events, assumed extensively in the work on non-geologic structures, was utilized. In this model, three sensors mounted on an infinite plane are presumed to simplify the situation. The velocity of the wave in the material, V is assumed constant. A general arrangement is illustrated in Figure 2



In Figure 2, the distance and angle of the AE source from sensor 1 can be determined by solving the following set of equations [12]

$$R = \frac{1}{2} \frac{D_2^2 - \Delta t_2^2 V^2}{\Delta t_2 V + D_2 \cos(\theta_3 - \theta_0)}, \text{ and } R = \frac{1}{2} \frac{D_1^2 - \Delta t_1^2 V^2}{\Delta t_1 V + D_1 \cos(\theta_0 - \theta_1)} \quad (2)$$

where Δt_1 and Δt_2 are time differences between sensors 1&2 and 1&3 respectively.

The time difference parameters can be obtained by simple thresholding or cross-correlation techniques. Solving the set of equations gives the location of the source in a polar form (R, θ) as illustrated in Figure 2.

MATERIALS AND METHODS

In our experiment, locations of uniform, pitting, crevice and SCC on AISI304 austenitic stainless steel were estimated by an AE system. The thickness of specimen is 1 mm prepared by wet grinding using a series of silicon carbide sheets of up to 1200 grit, then rinsed with distilled water and dried in cool air.

The position and dimension of each corrosion source is illustrated in Figure 2(a). The experiment to produce each type of corrosion mentioned above was performed separately. AE sensors used to capture AE signals were type R15 transducers with a resonance frequency at 150 kHz. Locations were computed by FPGA-PC and AE parameters were determined using the LOCAN 320.

Corrosion Generation

Uniform Corrosion

High chloride concentration and strong acidic solutions were used as corrosive environment to produce the uniform corrosion. The corrosive environment was a 30% NaCl solution with pH controlled at level of one. HCL was used to control the pH and to accelerate hydrogen bubble nucleation in stable state of the destroyed passive films and concentration solution. The solution was placed in a plastic cylinder tube of diameter of 4.3 cm. on the active AE sensors array zone as shown in Figure 2(a).

Pitting and Crevice Corrosion

For both pitting and crevice corrosions, the electrochemical environment was a 3% NaCl solution with pH at level of two to facilitate pitting corrosion mechanism. Pitting potential (E_{pit}) was controlled electrochemically by a potentiostat (Solartron 1284) for accelerating pitting corrosion.

For crevice, a special container was used to carry the solution that contained the corrosion occurrences within the edge of the container. A little gap inside the edge was made to set up an unventilated area.

The different between pitting and crevice is that the crevice corrosion particularly occurs at the unventilated area of the specimen.

Stress Corrosion Cracking (SCC)

For SCC, stress corrosion on a three-point loading bent-beam was utilized to produce tensile stress on the specimen according to the ASTM G39-90 (Reapproved 1994) standard. The elastic stress at the midpoint of specimen can be calculated from

$$\sigma = 6Ety / H^2 \quad (3)$$

where σ is the maximum tensile stress, E the modulus of elasticity, t the thickness of specimen, y the maximum deflection, and H the distance between outer supports.

The specimen was dipped into the 3%NaCl electrochemical solution with pH of two. The potentiostat was used to accelerate the corrosion process. The method to produce SCC and its experimental set-up is shown in Figure 2(b).

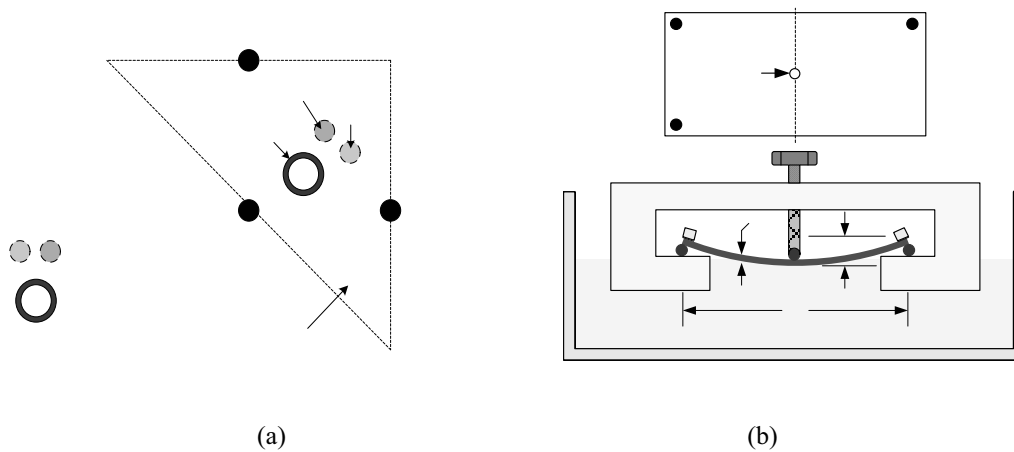


Figure 2, position of producing (a) uniform, pitting and crevice; (b) stress corrosion cracking.

AE systems

For the AE source location system, an FPGA-PC system was utilized to calculate arrival time difference from signals received from an array of three AE sensors on the specimen. The system consists of AE sensors, pre-amplifiers, signal conditioning unit, FPGA module, PC and LOCAN320 AE analyzer. Two-dimensional or planar representation was used to demonstrate the results of corrosion locations. Figure 3 is illustrated the diagram of experimental set up for corrosion source localization.

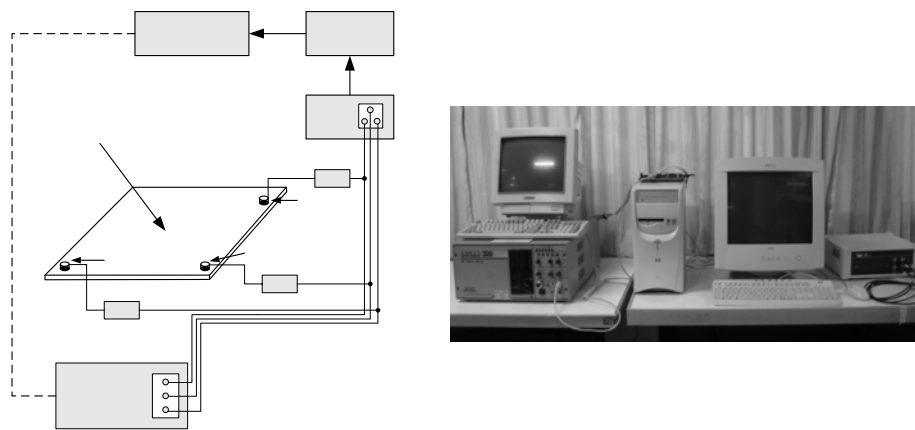


Fig.3 Three AE sensors array of source location technique and the system

The FPGA was designed as multi-channel high speed counters with a serial communication using VHDL (Very High Speed Integrated Circuit Hardware Description Language). When all AE sensors are triggered, the counting data from the FPGA-based electronic front-end will be sent to the PC via an RS-232 port. The FPGA was operated at approximately 30 millisecond per cycle. The PC was employed for analyzing the arrival time differences of sensors and finally, the coordinate of corrosion can be estimated.

RESULTS AND DISCUSSION

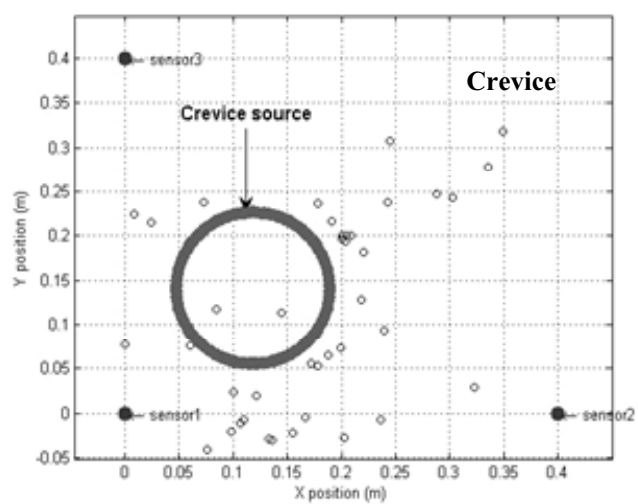
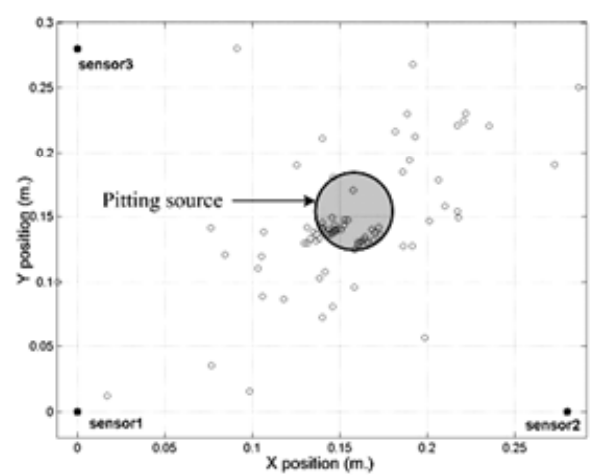
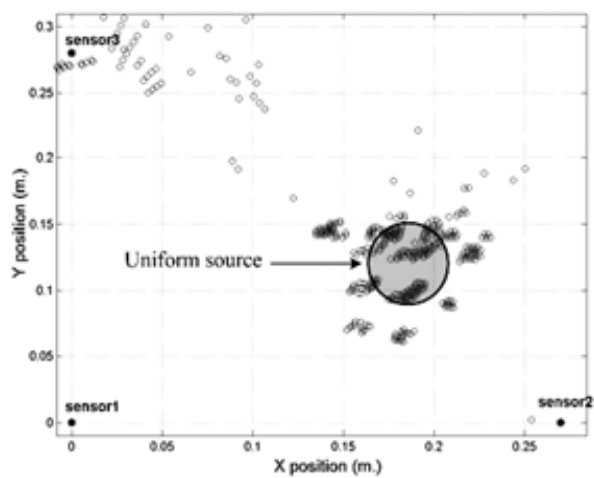
The experimental results of the study on various types of corrosion show correlations of AE parameters to their source location. Locations, count VS amplitude, hit VS amplitude, hit VS time and cumulative count VS time are the features used to explain different corrosion types and their mechanisms.

Location

Locations of each corrosion type were illustrated in Fig. 4. A large amount of the uniform corrosions (93.7%) detected by our system were grouped in the actual area. Their locations are not located inside the uniform source perfectly but show some clusters spreading around the region of uniform source (6.3%). This could be caused by groups of hydrogen bubble breaking in the acid solution. The other reason is possibly the combination of interference and ambiguity.

The locations of pitting and crevice were spread around in the region of the corrosion sources. Fewer signals could be detected in comparison to that of uniform corrosion. This may be caused by the distance between sensors and the high corrosion source was extended to reduce AE signal from bubble around the electrode. The attenuation of complex wave propagation paths, generated from the corroded pits, caused some dislocation of the detected corrosion. It should be noted that the amount of data obtained from crevice corrosion were much smaller than that of the pitting due to limited corrosion area around the edge of the container.

For the SCC, the result shows accurate locations of corrosion occurrences at the middle of the specimen where the stress was applied. Some corrosion points were detected at the downside area close to sensors 2 and 3. These might be affected by asymmetric bending during stress application, and Hit Lock out Time (HLT) error in the system.



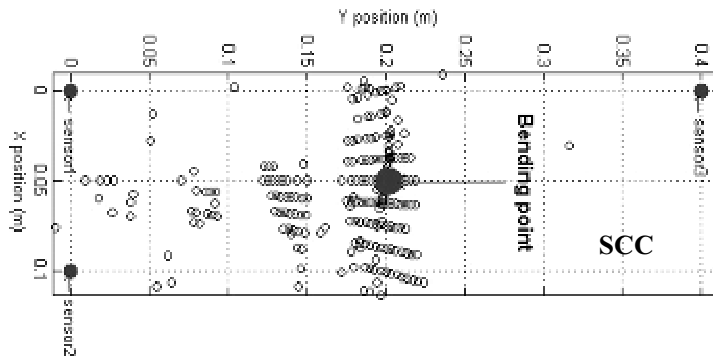


Figure 4. Location results and their characters of uniform, pitting, crevice and SCC respectively.

AE parameters analysis

Count VS Amplitude

The correlation of AE parameters between count and amplitude is illustrated in Figure 5. AE signals generated from the uniform corrosion in Figure 5a grouped around actual positions of the corrosion source. The signals revealed a large amount of data with high amplitude (between 45 to 63 dB) and the number of counts not exceeding 500. Some counts were over 500 with amplitudes higher than 63 dB, but some had high amplitudes (upto 75 dB) with fewer counts. From our observation and the theories of corrosion mechanism, AE signals were generated from breaking of numerous hydrogen bubbles which is from the consistent destroyed passive films of the material surface.

The count-amplitude relations of pitting and crevice corrosions depicted in Figure 5b and 5c have some similarity. The amount of data was less than that obtained from the uniform corrosion; however, both amplitude and count were higher. In addition, the correlation between count and amplitudes was closed to a straight line. The high amplitude and count AE data probably came from passive film breakage at the beginning of both types of corrosion processes [11]. Propagation mechanism of the pitting is the same as crevice corrosion which concentrated chloride ions (Cl^-) causes local acidification within pitting and crevice experimentation. Therefore AE parameter correlations of both corrosion types were similar in this research. However, initiation of the pitting is different from that of the

crevice. A gap between two surfaces of material is required to produce crevice; nevertheless, pitting has no geometrical requirement.

For SCC in Figure 5d, a large amount data also shows an approximately linear relation between count and amplitude. The highest number of counts reached 700 and amplitudes were up to 100 dB. The amounts of high AE amplitude may be caused by cracks creeping and applied stress.

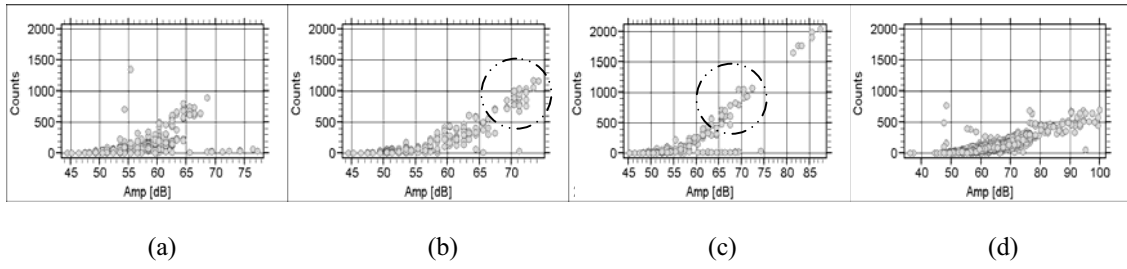


Figure 5. Count-amplitude correlation of (a) uniform, (b) pitting, (c) crevice and (d) SCC

Hits VS Amplitudes

AE hit and amplitude relations of the four corrosion types are shown in Figure 6. The correlation of the uniform type in Figure 6a shows a large portion of hits within amplitudes ranging from 45 to 65 dB. The amplitude distribution was similar to a Normal distribution with the highest hit at the amplitude of 53 dB. The distributions of pitting and crevice bear similarity having a small hit quantity and wide amplitude range as shown in Figure 6b and 6c. The hits are not exceeded 60 at all values of amplitude with the highest hits at 48 dB for both types of corrosion. Their distributions spread in the range of 45 to 75 dB for pitting, and 45 to 85 dB for crevice. In Figure 6d, the SCC type shows a characteristic of very high hits at amplitude around 48 dB and an exponential decrease at higher amplitudes.

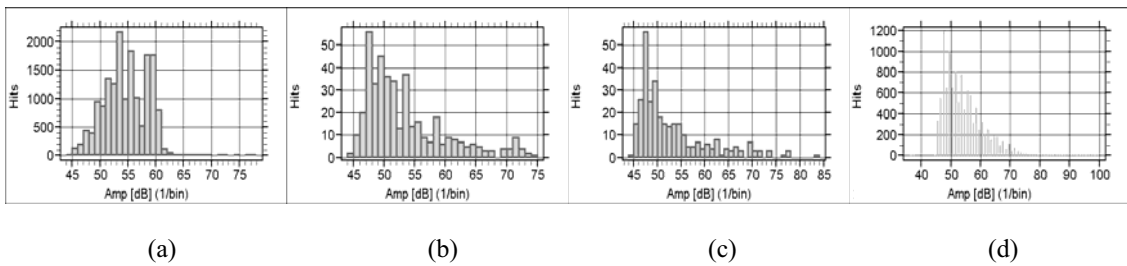


Figure 6. Hit-amplitude correlation of (a) uniform, (b) pitting, (c) crevice and (d) SCC

Hits VS Time

The analysis of data shows a great number of hits from the uniform corrosion at the first four hours then decreasing significantly as shown in Figure 7a. Since uniform corrosion occurs throughout the surface of material by the high chloride concentration and strong acidic solution, the decrease at the end may be due to the fall of solution concentration. For the result of pitting corrosion as shown Figure 7b, hits quantity was closed to that of the crevice depicted in Figure 7c. The hits frequently occurred at all times; however, higher numbers of hits was evident from the eighth hour to the end of the process by pit and crevice propagation. It should be noted that AE hits in the first seven hours were come from breakage of passive film and distributed throughout the period due to the large specimen area. The size of testing area is a factor affecting the electrochemical reaction and corrosion rate control. For pitting and crevice corrosion, initial corrosion is higher and quicker in a small testing area than a larger area. Thus the passive film was destroyed slowly in this work as anticipated. The AE hits of SCC illustrated in Figure 7d were very high at the beginning of the process then decreased exponentially along the time.

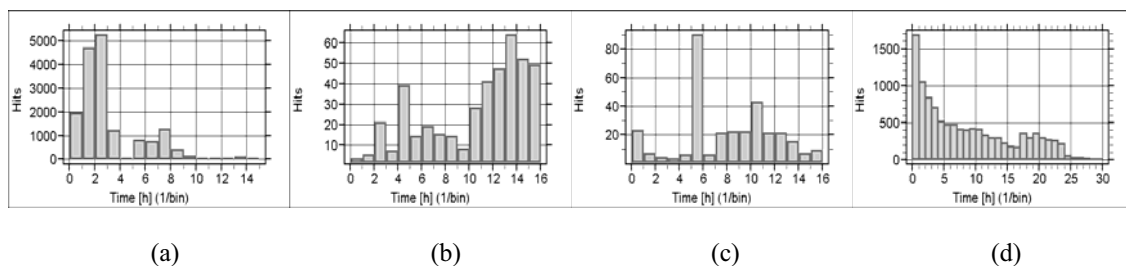


Figure 7. Hit-time correlation of (a) uniform, (b) pitting, (c) crevice and (d) SCC

Cumulative Count

The analysis of cumulative count was utilized to describe patterns of different corrosion types. The results indicate different trends for distinguishing the corrosion type as illustrated in Figure 8. The counts of uniform (Figure 8a) shows a very high count rate (of about 220,000 counts per hours) from the beginning to the fourth hour of the experiment and a rapidly decreasing rate to approximately 20,000 counts per hour after that to the end of fifteenth hour. This may be accounted for the diminishing of solution concentration as described in previous topic. The results of pitting and crevice corrosion have similar pattern as manifested in Figure 8b and 8c. It can be seen that the AE counts for both types are very low initially then rise rapidly to the end of the process. As the pitting destroys the passive film without hydrogen bubble occurrences at the beginning of the experiment, the pitting was

then formed and ran in the pitting holes. This produced AE activities continuously. For the SCC shown in Figure 8d, the rate of counts was rather constant at 16,500 counts per hour from the beginning to the twentieth hour by the constant applied stress. Then, the count rate fell quickly to the end of the experiment.

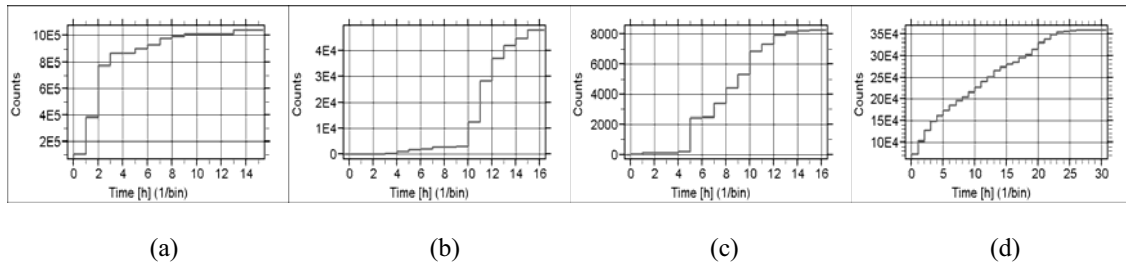


Figure 8. Count rate of (a) uniform, (b) pitting, (c) crevice and (d) SCC

From the result from the uniform corrosion experiment, a large amount of AE counts detected in the first four hours was related to the amount of bubbles generated during the process from our observation. This AE activity could be originated from the hydrogen nucleation process which is the destruction and generation of passive films on the material surface. In this period, the rate of destruction overcomes that of the generation. Another supporting assumption is that the amplitudes of bubble breaking are relatively high within a narrow range. After the period, the hits declined rapidly since the rate of passive film destruction and production are similar at this new state.

For the pitting and crevice corrosion, the AE counts were high in a wide range of amplitudes. The count rate was low in the initial period but rapidly increased in the later stage. Initially the corrosion gradually destroyed the passive film of material. After the film was destroyed, the pitting was formed and prevented the film from being built again due to the controlled environment. Pitting therefore ran in the pitting holes and produced the activity continuously.

For Stress corrosion cracking (SCC), the count rate was high and spread over a wide range of amplitudes and fell exponentially at the final stage. The SCC was produced at the middle point of the specimen dipped into the electrochemical environment. In the beginning, stress was occurred in the specimen greatly after corrosion happened then, reduced during the corrosion run. All activities were produced from the applied stress and corrosion cracking as evident from the expected locations and patterns of the corrosion. Figure 9 illustrate the results of uniform, pitting, crevice and SCC on 1 mm. thickness of SS304.

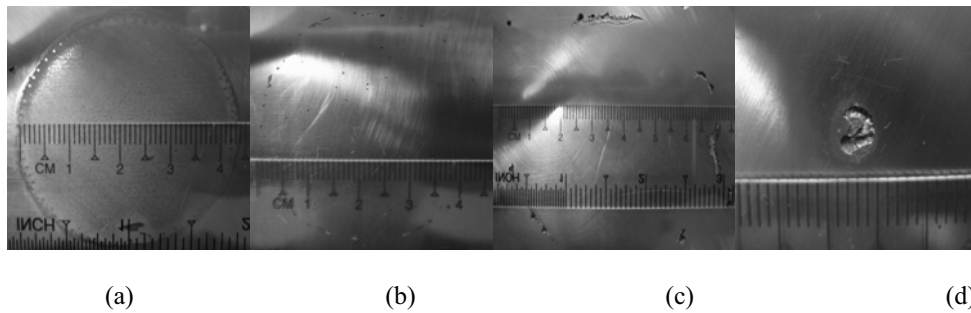


Figure 9 Results of corrosion on the SS304 specimen. (a) Uniform, (b) pitting, (c) crevice and (d) SCC.

CONCLUSIONS

A novel and low cost AE system based on FPGA-PC is proposed to detect and locate corrosion activities.

The majority of uniform corrosions were grouped in the real corrosion positions. The patterns of the correlations of AE parameters detected from corrosion were utilized to distinguish and describe the corrosion mechanism.

AE signals received from uniform corrosion were produced from hydrogen nucleation activity.

The signals appeared narrower range of amplitude than the other types of corrosion, as well as high count rate and large number of hits in the beginning of the corrosion stage.

The number of AE signals obtained from pitting and crevice corrosion is less than that from the uniform corrosion. The locations obtained by our system spread around the actual sources. Pattern of the correlations of AE parameter showed a wide range of amplitudes, high count rate in the later stage of the corrosion and a great number of hits throughout the process.

For SCC, direction of stress application on the specimen was manifested by the result of detected locations. AE signals reveal a wide range of high amplitudes (of up to 100 dB) as well as high count rate throughout the corrosion process. Numbers of hit was highest at the earlier stage then decayed exponentially.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to acknowledge “King Mongkut’s University of Technology”, “Commission on Higher Education” and “The Thailand Research Fund” for their financial support. We also would like to thank Dr. G. Lothongkum and C. Jirarungsatean for their assistance and suggestion.

REFERENCES

1. C. Jirarungsatean, A. prateepasen and P. Thungsuk, Corrosion Monitoring Using Acoustic Emission, Science & Material Technology, Thailand, 2002,2:152-154.
2. F. Bellenger, H. Mazille and H. Idrissi, Use of Acoustic Emission Technique for The Early Detection of Aluminum Alloys Exfoliation Corrosion, NDT&E International, 2002, 35:385-392.
3. P. T. Cole, S. N. Gautrey, Development History of the Tankpac AE Tank Floor Corrosion Test, NDT.net, 2002, 7(9).
4. J. D. Attar, Acoustic emission as a corrosion monitoring tool for above ground storage tanks, Corrosion Control and NDT, 2003.
5. D. Foo, J. Dimopoulos, D. Olsen et al., Application and limitations of acoustic emission (AE) testing of tank bottoms of aboveground storage tanks (ASTs), NDT AUSTRALIA-Special joint conference issue.
6. H. Idrissi, H. Mazille, L. Renaud and Y. Cetre, Initiation and Propagation Steps in Pitting Corrosion of Austenitic Stainless Steels: Monitoring by AE, Corrosion Science, 2001, 43:627-641.
7. F. Ferrer, H. Idrissi and H. Mazille, A study of abrasion-corrosion of AISI 304L austenitic stainless steel in saline solution using acoustic emission technique, NDT&E International, 2000, 33:363-371.
8. Y. P. Kim, M. Fregonese, D. Feron, et al., Ability of acoustic emission technique for detection and monitoring of crevice corrosion on 304L austenitic stainless steel, NDT&E International, 2003, 36:553-562.
9. R. Cowking and A.; Carswell, An acoustic emission study of stress corrosion cracking in GFRP: 40519 Hill, NDT & E International, 1997, 30(2).
10. A. Prateepasen, P. Kaewtrakulpong and C. Jirarungsatean, Semi-Parametric Learning for Classification of Pitting Corrosion Detected by Acoustic Emission, Key Engineering Materials, 2006 (in press).

11. A. Prateepasen, C. Jirarungsatean, and P. Tuengsook, Identification of AE Source in Corrosion Process, Key Engineering Materials, 2006, (in press).
12. R. Miller, P. McIntire, Nondestructive Testing Hand Book: Acoustic Emission Testing, 1987, 5, 2nd, p.57-59, 135-154.