

РАДИОФИЗИКА

УДК 539.2:532.7:536.42:534.6

ГРНТИ 29.29.41+29.17.43+29.17.41+29.37.23

DOI: 10.34680/2076-8052.2023.3(132).446-456

Специальность ВАК 2.2.14; 1.3.4

Научная статья

АНАЛИЗ СПЕКТРОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ОХЛАЖДЕНИИ РАСПЛАВА АЛЮМИНИЯ

Воронцов В. Б.¹, Першин В. К.¹, Емлин Р. В.²

¹Уральский государственный университет путей сообщения (УрГУПС) (Екатеринбург, Россия)

²Институт электрофизики (УРАН) (Екатеринбург, Россия)

Аннотация Представлены результаты экспериментального исследования спектров акустической эмиссии в области частот 20-200 кГц, возникающей при понижении температуры расплава алюминия от 860 до 660 °С. Рассмотрена взаимосвязь акустических сигналов с процессами структурных преобразований в расплаве при изменении его температуры.

Ключевые слова: акустическая эмиссия, кристаллизация, алюминий, спектральный анализ, расплав

Для цитирования: Воронцов В. Б., Першин В. К., Емлин Р. В. Анализ спектров акустической эмиссии при охлаждении расплава алюминия // Вестник НовГУ. 2023. 3(132). 446-456. DOI: 10.34680/2076-8052.2023.3(132).446-456

Research Article

ANALYSIS OF ACOUSTIC EMISSION SPECTRA WHEN COOLING ALUMINUM MELT

Vorontsov V. B.¹, Pershin V. K.¹, Emlin R.V.²

¹Ural State University of Railway Transport (USURT) (Ekaterinburg, Russia)

²The Institute of Electrophysics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
(Ekaterinburg, Russia)

Abstract The results of an experimental study of the acoustic emission spectra in the frequency range 20-200 kHz, which occur when the temperature of the aluminum melt decreases from 860 to 660 °C are presented. The interrelation of acoustic signals with the processes of structural transformations in the melt with a change in temperature is considered.

Keywords: acoustic emission, crystallization, aluminum, spectral analysis, melt

For citation: Vorontsov V. B., Pershin V. K., Emlin R. V. Analysis of acoustic emission spectra when cooling aluminum melt // Vestnik NovSU. 2023. 3(132). 446-456. DOI: 10.34680/2076-8052.2023.3(132).446-456

Введение

Экспериментально на основании Фурье-анализа определялось амплитудно-частотное распределение сигналов акустической эмиссии (АЭ) алюминия, генерируемым расплавом при снижении температуры от 860 до 660 °С. В результате анализа спектра сигналов АЭ исследовалось влияние температуры перегрева расплава выше температуры плавления на начало образования локального порядка.

На основании модельных представлений об архитектуре кластера проводилась оценка структурных изменений в расплаве алюминия при охлаждении расплава в исследуемом температурном диапазоне. Структура спектра АЭ сигналов и повторяемость амплитудно-частотных характеристик в различных его частях и при различных температурах свидетельствует об их взаимосвязи с повторяющимися локальными структурными перестройками, происходящими в среде расплава в этом температурном диапазоне.

В настоящей работе ставилась **задача**: экспериментальное исследование спектров акустической эмиссии алюминия с целью развития представлений о существовании частичного порядка в температурной области 660-860 °С расплава алюминия и структурных преобразованиях в расплаве при изменении температуры, а также взаимосвязи между структурными преобразованиями в расплаве и генерацией акустических сигналов.

Экспериментальная часть

В настоящем исследовании анализируются амплитудно-частотные изменения в спектре сигналов АЭ при снижении температуры расплава от 860 °С до начала кристаллизации.

Эксперименты проводились на установке (рисунок 1).

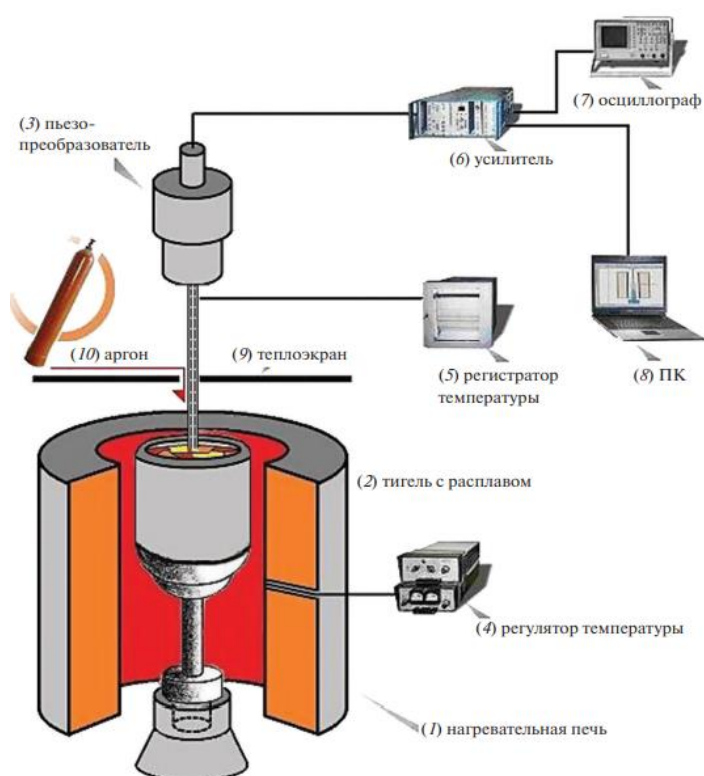


Рисунок 1. Экспериментальная установка для исследования акустической эмиссии, сопровождающей нагревание и охлаждение расплава алюминия, где: (1) печь, (2) тигель с расплавом, (3) пьезоэлектрический датчик, (4) температурный контроллер, (5) регистратор температуры, (6) усилитель, (7) осциллограф, (8) ПК, (9) тепловой экран [5].

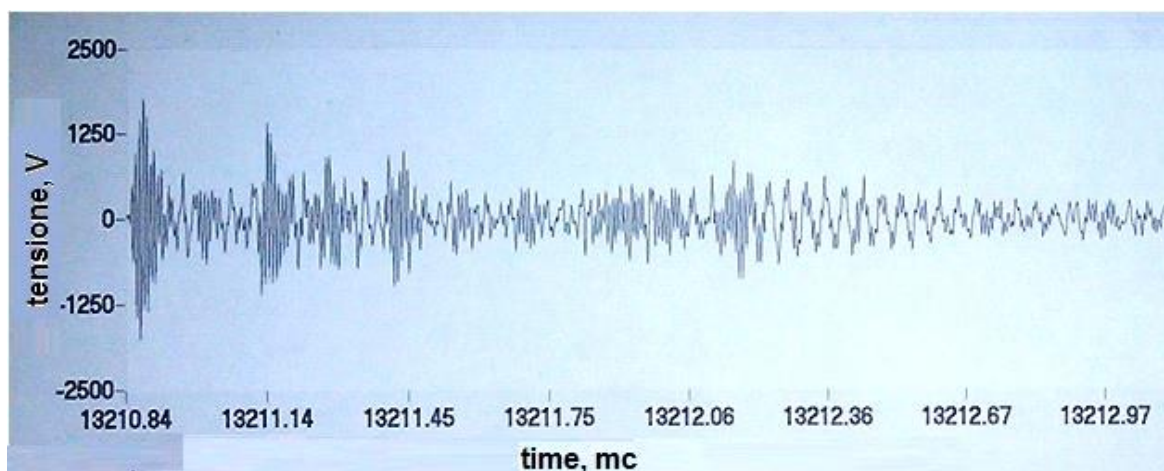
В работе использовался пьезодатчик с частотным диапазоном 20-200 кГц. Проведены эксперименты для двух температурных условий в расплаве:

Эксперимент №1: температура расплава снижалась от 860 до 660 °С.

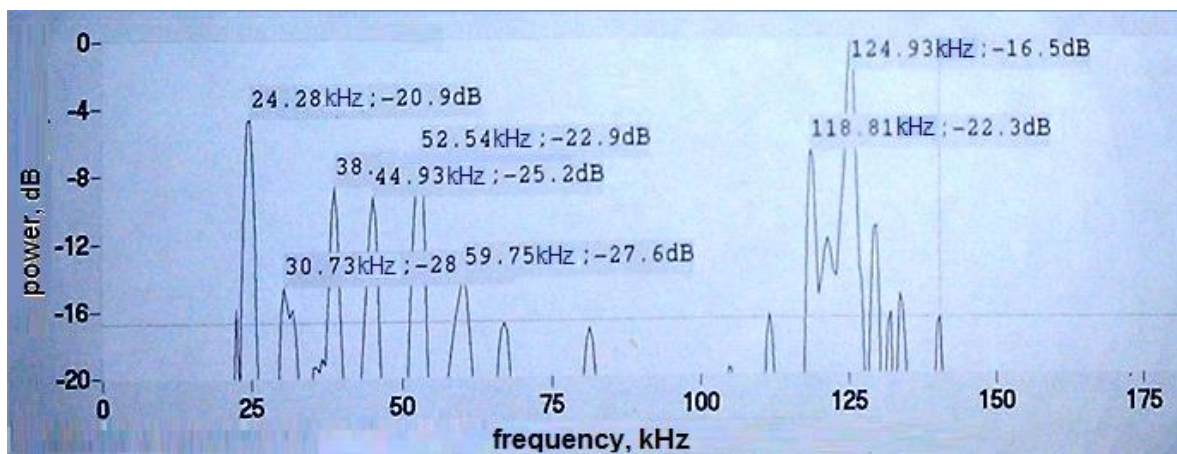
Эксперимент №2: температура расплава снижалась от 840 до 660 °С.

Эксперименты отличались максимальной температурой нагрева расплава, в остальном условия эксперимента были идентичны.

Расплав нагревался до соответствующей температуры, затем она снижалась с шагом 20 °С и расплав выдерживался при постоянной температуре в течение 15 мин; в это время записывался акустический спектр и проводился амплитудно-частотный анализ спектра сигналов АЭ. Для анализа акустического спектра использовались программы (ISVI) [1, 2]. Экспериментальные результаты сначала анализировались в аналоговой форме, затем проводился Фурье-анализ каждого сигнала (рисунок 2 а, б).



а)



б)

Рисунок 2. Сигнал акустической эмиссии(а) и его спектр(б) при температуре расплава алюминия 740 °С

По результатам Фурье-анализа на основании аналитических зависимостей (1) и (2) [1, 2] определялся коэффициент C_s , который по физическому смыслу соответствовал сумме амплитуд сигналов определённой частоты.

$$C_s = \frac{1}{T_0} \int_0^{\tau_0} f(\tau) e^{-i w_s \tau} d\tau, \quad (1)$$

$$w_s = s \cdot w_0 = \frac{2\pi s}{T_0} \quad (2)$$

где: T_0 – период сигнала, взятый за единицу

τ – время,

w_s – эквидистантные значения, рассчитанные для комплексного Фурье коэффициента для точек $s = 0, 1, 2, \dots, (N-1)$.

Для обоих экспериментов наблюдались общие закономерности спектральных характеристик.

Все частоты спектра условно отнесены к низкочастотными для диапазона 20-60 кГц и высокочастотным для диапазона 110-126 кГц.

Анализ спектров эксперимента № 1

Для каждой температуры расплава определялась энергия сигналов АЭ в относительных единицах $E_{\text{о.е.}}$ интегрированием амплитуд сигналов с максимумом C_s в окрестности $f = 7-8$ кГц. Она представлена на графике рисунок 3.

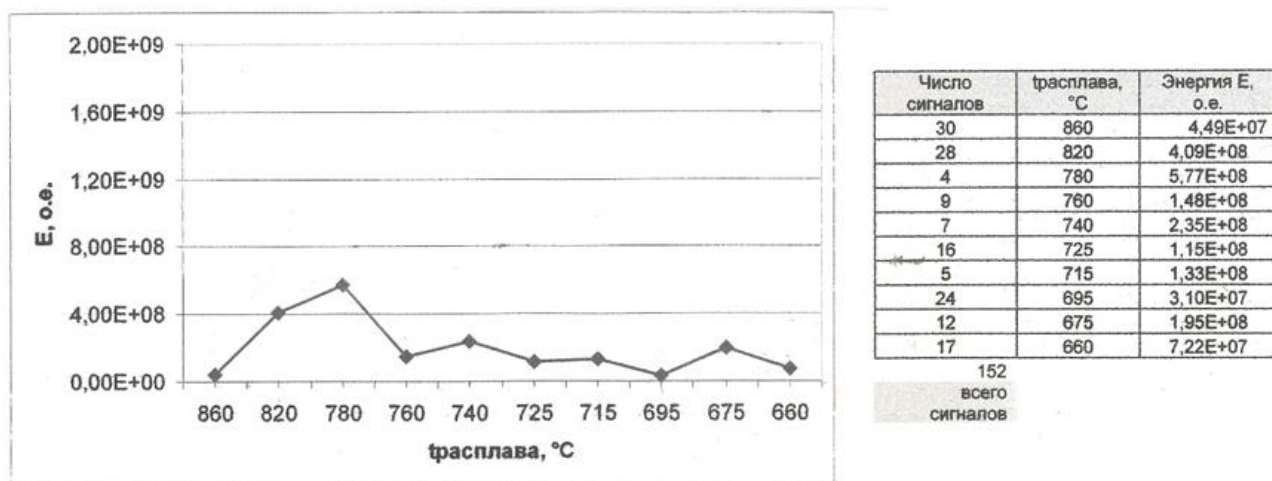
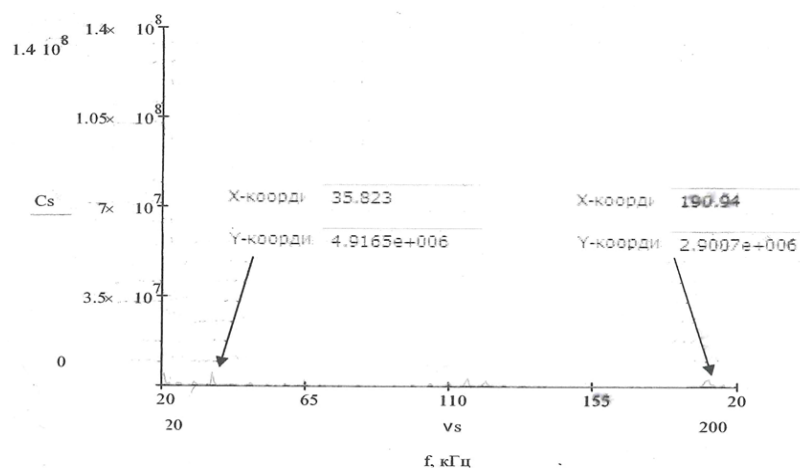


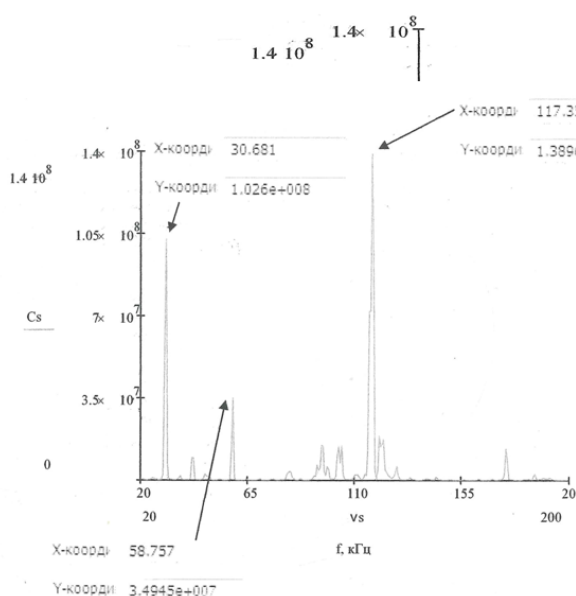
Рисунок 3. График зависимости относительной энергии сигналов АЭ $E_{\text{о.е.}}$ от температуры расплава, t °C

На рисунке 4 приводится спектр сигналов АЭ (а, б, в) при температурах 860, 780 и 760 °C.

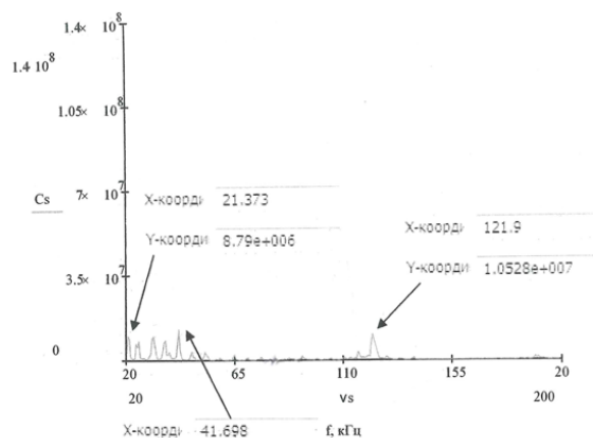
На основании рисунке 3 относительная энергия $E_{\text{о.е.}}$ при температуре 860 °C на уровне фона, а число сигналов наибольшее; при 780 °C относительная энергия $E_{\text{о.е.}}$ максимальная, а число сигналов наименьшее. При температуре 760 °C наблюдается периодичность следования амплитуд с максимальным C_s для всех частот.



(a)



(б)



(в)

Рисунок 4. Акустические спектры АЭ при температуре расплава алюминия 860 °C (а); 780 °C (б); 760 °C (в)

Анализ спектров АЭ для эксперимента № 2

На рисунке 5 представлена зависимость $E_{o.e.}$ от температуры расплава, t °C.

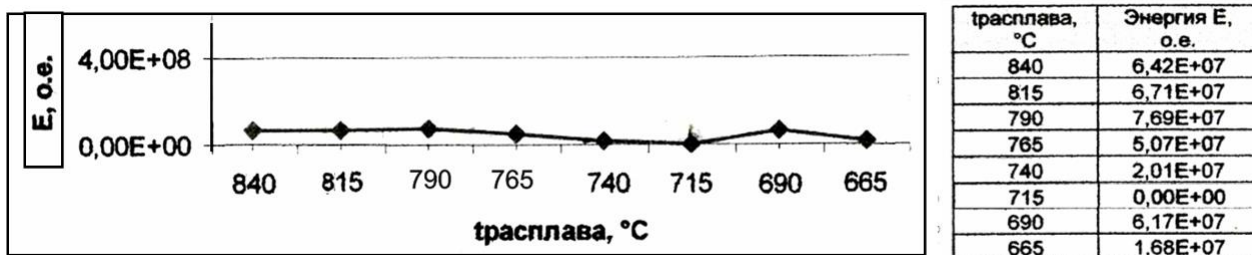


Рисунок 5. График зависимости $E_{o.e.}$ от t расплава °C для эксперимента №2

График $E_{o.e.}$ от $t^{\circ}C$ рисунка 5 лежит ниже чем на рисунке 3, и абсолютное значение $E_{o.e.}$ примерно в 10 раз меньше как и число сигналов АЭ (число сигналов уменьшалось от 21 при $840^{\circ}C$ до 3 при $690^{\circ}C$). Снижение порога измеряемой величины C_s в 10 раз позволило анализировать амплитуду сигналов на уровне фона. В экспериментах № 1 и № 2 с повышением температуры расплава наблюдалось уменьшение амплитуды сигналов в низкочастотной области спектра АЭ и её увеличение в высокочастотной. При температуре $690^{\circ}C$ амплитуда сигналов для низкочастотной части спектра АЭ приближается к уровню фона, а для диапазона частот 110-128 кГц увеличивается и для частоты 121 кГц достигает максимальной величины (рисунок 6).

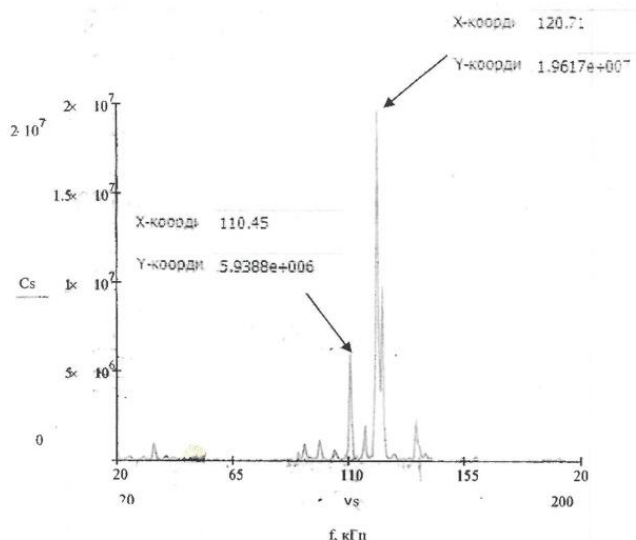


Рисунок 6. График зависимости C_s от частоты f для температуры $690^{\circ}C$

Ниже приведён для эксперимента 2 график зависимости C_s от температуры расплава $t,^{\circ}C$ при частоте $f = 121$ кГц.

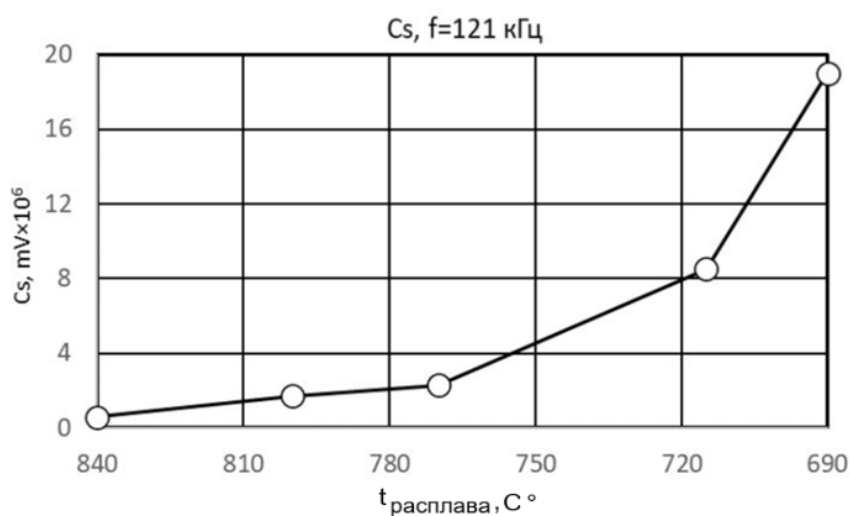


Рисунок 7. График зависимости C_s от температуры расплава $t^{\circ}C$, для $f = 121$ кГц.

Обсуждение результатов

В экспериментах № 1 и № 2 наблюдались этапы изменения спектров АЭ для двух различных перегревах расплава Al до 860 и 840 °С, которые характерны и для других металлов и сплавов. Охлаждение расплава характеризуется различными изменениями в структуре жидкой фазы. Считается, что после плавления структура кристалла разрушается с образованием кристаллоподобных кластеров, и при последующем нагревании эти частицы теряют наследственную структуру и переходят в жидкое состояние. При охлаждении расплава происходит обратный процесс формирования кластеров вплоть до температуры кристаллизации. В литературе отсутствуют исследования границ существования кристаллоподобных кластеров. Такими границами могут служить перегревы расплава. В наших экспериментах анализируются спектры АЭ при различном перегреве расплава выше температуры плавления эксперимент № 1 и эксперимент № 2. От величины перегрева зависит переохлаждения расплава, которое принципиально меняет характер кристаллизации. Данный эффект связан с тем, что при слабом перегреве в расплаве сохраняются кластеры и при охлаждении такой жидкости кристаллизация носит равновесный характер подобно эксперименту № 2 при перегреве на 180 °С выше температуры плавления. При прогреве расплава на 200°С и выше температуры плавления кластеры разрушаются: в эксперименте № 1 рисунке 4 а видны слабые амплитуды сигналов; мы предполагаем, что это следы разрушенных кластеров. В процессе охлаждения в разупорядоченной жидкости идёт обратный процесс налаживания межатомных связей. Для этого необходим определённый инкубационный период; в нашем случае он составил 75 мин – время снижения температуры от 860 до 780 °С. За это время между атомами в расплаве возникают связи между 2, 3 и более атомами, появляются большие коагуляции атомов, которые дают всплеск амплитуды сигналов и уменьшение числа сигналов (рисунок 4 б). Подобная зависимость теоретически рассмотрена в работе [3]. При дальнейшем снижении температуры до 760 °С большие структурные образования разбиваются на более мелкие, но, согласно термодинамике, они более устойчивые к изменению температуры (рисунок 4 в).

Сравнение результатов изменения энергии $E_{\text{о.е.}}$ с температурой для эксперимента № 1 с экспериментом № 2 показывает, что энергетические затраты в первом случае почти в 10 раз больше, чем во втором (рисунки 3 и 4). Это позволяет предположить, что при условиях эксперимента № 1, происходят затраты тепловой энергии на структурные изменения в расплаве. В эксперименте № 2 из анализа $E_{\text{о.е.}}$ АЭ следует, структура расплава при нагреве до 840 °С не претерпела значительных структурных изменений при максимальной температуре перегрева расплава 180 °С спектр сигналов АЭ аналогичен для температуры 760 °С в эксперименте № 1; при температуре 780 °С в расплаве не наблюдалось максимум $E_{\text{о.е.}}$. Это позволяет

предположить, что в расплаве сохранены связи между атомами подобно твёрдой фазе. Полученные спектральные характеристики для двух температур расплава в эксперименте 1 и эксперименте 2 позволяют резюмировать, что структурное состояние расплава определяется степенью перегрева расплава относительно температуры плавления. Перегрев выше температуры плавления определяет при охлаждении расплава выстраивание архитектуры зародыша твёрдой фазы. На основании полученных результатов в расплаве появляются кристаллоподобные кластеры (рисунок 4 в); критерием присутствия кластеров согласно [4-7] является появление в спектре АЭ периодичности частоты следования f кГц с максимальным C_s . В отсутствие перегрева расплава до 860 °С наблюдались кластеры при температуре 840 °С

В работе Данилова [8] экспериментально показано, что даже при температурах намного выше ликвидуса в расплаве сохраняются области локального порядка подобного твёрдой фазе. Нами сделана попытка на основе модели кластера, предложенной в работе [5], сравнить частоты f , наблюдаемые в эксперименте с частотами, рассчитанными по предложенной модели для эксперимента 1 в.

Согласно [5] модель кластера, имеет ступенчатую архитектуру, каждой ступеньке соответствует число параметров решётки, на которое она продвинулась, начиная с 1; каждый элемент кластера при охлаждении продвигается с частотой, определяемой условиями кристаллизации. На основании аналитической зависимости (3)

$$f = \frac{V}{a \cdot n} \quad (3)$$

где: $V=3,1$ mm/min скорость продвижения межфазной поверхности (считаем её соответствующей скорости отвода тепла от боковой стенки тигля, которая определялась экспериментально);

n = число межплоскостных расстояний;

$a=4,05 \cdot 10^{-7}$ mm параметр кристаллической решётки Al.

Исходя из предложенной модели кластера [7], определялись частоты продвижения структурных элементов кластера, которые сравнивались с частотами C_s в наших экспериментах (таблица 1).

Таблица 1. Теоретические и экспериментальные частоты f АЭ сигналов с $\max C_s$ для температуры 760 °С

n	1	2	3	4	5	6	7
f теорет. кГц	121	60	40	30	24	20	18
f экспер. кГц	127	63	42	32	25	21	нет данных

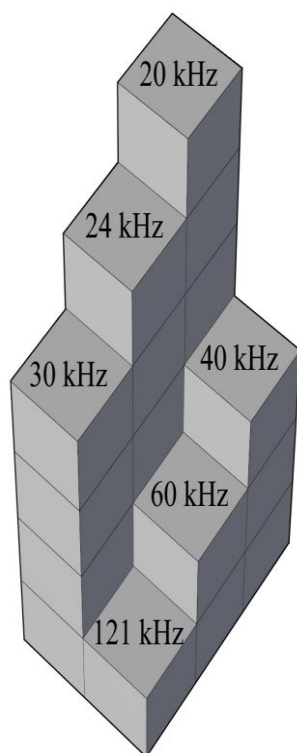


Рисунок 8. Модель кластера, рассчитанного для расплава алюминия при температуре 760 °С [5]

Экспериментальные значения f кГц близки с теоретически рассчитанными частотами, при условии, что параметра решётки алюминия равного $4,3 \cdot 10^{-7}$ nm, который на 15 % больше известного. В работе [9] экспериментально показано, что при температуре 780 °С наблюдалось увеличение параметра решётки Al. Предполагаем, перегрев расплава на 200 °С и выше ликвидуса приводит к ослаблению межатомных связей в решётке алюминия и деформации её параметра. В работах [10, 11] при охлаждении расплава при температуре 780 °С наблюдалось уменьшение вязкости расплава алюминия, что также свидетельствует о структурных изменениях в расплаве.

Увеличение амплитуды C_s для $f = 121$ кГц при снижении температуры расплава (рисунок 6) позволило предположить, что при её снижении формируются новые кластеры за счёт присоединения атомов на базе одной ячейке кластера ($n=1$) $f=121$ кГц (рисунок 8). Считаем, что это зародыши твёрдой фазы. Расчёт частот спектра Рис.5 для интервала 85-165 кГц, по изложенной выше методике, показал близость экспериментальных частот спектра с теоретическими, при стандартном параметре решётки $4,05 \cdot 10^{-7}$ nm. Зародыш твёрдой фазы растёт за счёт присоединения к нему новых атомов, а их подвижность уменьшается с температурой, поэтому появляется меньше сигналов с увеличивающейся амплитудой. Ретроспективный взгляд на результаты анализа спектров АЭ (рисунки 3, 4) позволяет резюмировать, что при температуре расплава более 860 °С, расплав находится в неупорядоченном состоянии, но при снижении температуры до 760 °С в

структуре расплава организуется локальный порядок в виде кластеров, которые укрупняясь становятся зародышами твёрдой фазы.

Выводы

1. На основании результатов Фурье-анализа спектра сигналов АЭ расплава алюминия, перегретого до 860 °С при снижении температуры до 780 °С изменяются параметры спектра АЭ, что позволяет предположить о переходе расплава в новое структурное состояние. Появление при температуре 760 °С регламентированной частоты с максимальной C_s в спектральном составе АЭ даёт основания предполагать возникновение в расплаве локального порядка.

2. Теоретически рассчитана модель кластера алюминия для температуры 760 °С и проведено сравнение рассчитанных частот при формировании кластера с экспериментальными результатами спектра сигналов АЭ.

3. При снижении температуры расплава до 690 °С в нём формируются кластеры, которые являются зародышами твёрдой фазы.

Список литературы

1. Соколов О. Б., Угодникова Л. А. Программа Mathcad: обработка с использованием методики, разработанной О. Б. Соколовым и Л. А. Угодниковой // Преобразования и ряды Фурье: методическое руководство. Екатеринбург, Уральский государственный университет путей сообщения, 2005. 20-23.
2. Визуализатор ISVI. Графическая оболочка ISVI для модулей сбора и обработки сигналов (ADP/ADS) // Инструментальные системы: официальный сайт. URL: <https://www.insys.ru/isvi> (Дата обращения: 12.04.23).
3. Александров В. Д., Фролова С. А., Зозуля А. П. Этапы развития кластерно-коагуляционной модели кристаллизации переохлаждённых металлов // Металлические конструкции. 2019. 25(1). 5-15.
4. Vorontsov V. B., Zhuravlev D. V. Analysis of acoustic emission effect accompanying growth of single aluminum crystals: Experimental Results and Theoretical Model of the Cluster // Chemical Engineering Journal. 2012. 6. 358-362.
5. Воронцов В. Б., Першин В. К. Связь акустической эмиссии с локальной структурой перестройкой в неравновесном расплаве алюминия // Расплавы. 2019. 4. 336-349. DOI: 10.1134/S0235010619040145
6. Vorontsov V. B., Zhuravlev D. V., Cherepanov A. C. Experimental research of phase transition kinetics in a liquid melt of high-purity aluminum // Journal of Crystal Growth. 2017. 480. 170-174. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.10.067
7. Данилов В. И. Структура и кристаллизация жидкости: избранный статьи. Киев, Изд-во АН УССР, 1956. 568 с.
8. Ватолин Н. А., Пастухов Е. Б., Сермягин В. Н. Влияние температуры на структуру жидкого алюминия // Доклады Академии наук СССР. 1975. 222(3). 641-643.
9. Базин Ю. А., Замятин В. М., Насайров Ю. А. О структурных изменениях в жидком алюминии // Известия высших учебных заведений. Чёрная металлургия. 1985. 5. 28-33.
10. Базин Ю. А., Емельянов А. В., Баум Б. А. Исследование структуры жидкого алюминия рентгеновскими методами // Металлофизика. 1986. 8(2). 11-15.

References

1. Sokolov O. B., Ugodnikova L. A. Programma Mathcad: obrabotka s ispol'zovaniyem metodiki, razrabotannoy O. B. Sokolovym i L. A. Ugodnikovoy [Mathcad program: processing using the methodology developed by O. B. Sokolov and L. A. Ugodnikova] // Fourier transforms and series: methodological guide. Yekaterinburg, 2005. 20-23.
2. ISVI visualizer. ISVI graphical shell for signal acquisition and processing modules (ADP / ADS). Instrumental systems: official site. Available at: <https://www.insys.ru/isvi> (Accessed: 12.04.23).
3. Aleksandrov V. D., Frolova S. A., Zozulya A. P. Stages of development of the cluster-coagulation model of crystallization of supercooled metals // Metal Constructions. 2019. 25(1). 5-15.
4. Vorontsov V. B., Zhuravlev D. V. Analysis of acoustic emission effect accompanying growth of single aluminum crystals: Experimental Results and Theoretical Model of the Cluster // Chemical Engineering Journal. 2012. 6. 358-362.
5. Vorontsov V. B., Pershin V. K. Svyaz' akusticheskoy emissii s lokal'noy strukturoy perestroykoy v neravnovesnom rasplave alyuminiya [Communication of acoustic emission with local structure rearrangement in a non-equilibrium aluminum melt] // Melts. 2019. 4. 336-349. DOI: 10.1134/S0235010619040145
6. Vorontsov V. B., Zhuravlev D. V., Cherepanov A. C. Experimental research of phase transition kinetics in a liquid melt of high-purity aluminum // Journal of Crystal Growth. 2017. 480. 170-174. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2016.10.067
7. Danilov V. I. Struktura i kristallizatsiya zhidkosti: izbrannyi stat'i [Structure and crystallization of liquid: selected articles]. Kyiv: The Academy of Sciences of the Ukrainian SSR Publ., 1956. 568 p.
8. Vatolin N. A., Pastukhov E. B., Sermyagin V. N. Vliyaniye temperatury na strukturu zhidkogo alyuminiya [Effect of temperature on the structure of liquid aluminum] // Vliyaniye temperatury na strukturu zhidkogo alyuminiya. 1975. 222(3). 641-643.
9. Bazin Yu. A., Zamyatin V. M., Nasairov Yu. A. O strukturnykh izmeneniyakh v zhidkom alyuminii [On structural changes in liquid aluminum] // Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 1985. 5. 28-33.
10. Bazin Yu. A., Emelyanov A. V., Baum B. A Issledovaniye struktury zhidkogo alyuminiya rentgenovskimi metodami [Study of the structure of liquid aluminum by X-ray methods] // Metallofizika [Metall Physics]. 1986. 8(2). 11-15.

Информация об авторах

Воронцов Вадим Борисович – кандидат физико-математических наук, доцент, Уральский государственный университет путей сообщения (Екатеринбург, Россия), ORCID: 0000-0002-2680-8687, metranpazh23-1@ya.ru

Першин Виталий Константинович – доктор физико-математических наук, профессор, Уральский государственный университет путей сообщения (Екатеринбург, Россия), ORCID: 0000-0002-7706-6935, VPershin@usurt.ru

Емлин Рафаил Вениаминович – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, руководитель группы, Институт электрофизики Уральского отделения РАН (Екатеринбург, Россия), ORCID: 0000-0002-0475-1181, emlin@iep.uran.ru