

Температура – інтенсивний параметр. Решта шість основних метрологічних параметрів – довжина, маса, час, сила світла, кількість електрики, кількість речовини за своєю природою екстенсивні і характеризуються властивістю суперпозиції. Додавання і ділення основних одиниць, наприклад, кілограма, забезпечує надійну метрологічну базу вимірювання маси за досить великих і малих значень вимірювання величини. Температура такою властивістю супер-

позиції не володіє, і це завжди дуже ускладнювало вимірювання.

1. Геращенко О.А., Гордов А.Н., Лах В.И., Луцьк Я.Т., Стадник Б.И. Температурные измерения. Справочник. – К., 1984. 2. Смородинский Я.А. Температура. – М., 1987. 3. Куинн Т. Температура. – М., 1985. 4. Орлова М.П. Низкотемпературная термометрия. – М., 1975. 5. Международная практическая температурная шкала 1968 г. (МТТШ-68). Редакция 1975, русский текст. – М., 1976.

УДК 539.226

КОНТРОЛЬ ГРАВИТАЦІЙНОЇ СЕДИМЕНТАЦІЇ РОБОЧОГО ЕЛЕМЕНТА ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕПЕРА З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДИКИ АКУСТИЧНОЇ ЕМІСІЇ

© Сергій Прохоренко^{1,2}, Богдан Стадник¹, Збігнев Бояр², 2002

¹ Національний університет “Львівська політехніка”, вул. С.Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

² Військова технічна академія (WAT). Варшава, Польща

Подано виявлений факт наявності кореляційної узгодженості

зміни параметрів кристалізаційної акустичної емісії (АЕ) щодо концентрацій елементів бінарного евтектичного розплаву згідно з видом діаграми стану. Запропоновано використовувати методику АЕ як метод неруйнівного контролю виникнення гравітаційної седиментації в робочих елементах реперних температурних точок на основі евтектичних металів.

Представлен обнаруженный нами факт наличия корреляционной согласованности изменения параметров возникшей при кристаллизации акустической эмиссии и других методик относительно концентрации элементов бинарного эвтектического расплава, а также вида диаграммы состояния. Предложено использовать методику акустической эмиссии в качестве методики неразрушающего контроля возникновения гравитационной седиментации в рабочих элементах реперных точек на основе эвтектических металлов.

In paper the fact, detected by us, of availability of correlation conformity of parameters changes of the acoustic emission (AE) which one arises from crystallization process, concerning concentration of a compound of binary eutectic melt and also relative to the phase diagram is introduced. It is offered to utilize a procedure AE as a procedure of a nondestructive examination of originating of gravitational sedimentation in working devices of temperature reference-point on the basis of eutectic metals.

Наповненість для практичного використання в метрології температурної шкали МТШ-90 реперними температурними пунктами (як це нами було показано у [1]) недостатня. У чистих металів (придатних до подібного використання) температури фазового переходу першого роду у температурному діапазоні, особливо цікавому з погляду практики (–90 – 300°C), відсутні.

З огляду на це для повнішого використання можливостей створення реперних пунктів на основі фазових переходів першого роду доцільно як робоче тіло репера застосовувати розплави евтектичної концентрації.

Практичною перевагою створення реперів на основі евтектик у температурах, проміжних прийнятим у ІСО-90, стандартними (реперними) є:

- можливість плавнішого градування пристроїв вимірювання температури;
- розробка реперів температури, що знаходяться усередині робочого діапазону термометра;
- можливість створення пристроїв перевірки термометрів, придатних до праці в “польових” умовах – з меншим рівнем енергоспоживання та вищим ступенем захисту від випромінювання.

Вiдмiннiсть процесiв кристалiзацiї чистих та евтектичних розплавiв все ж симулює деякi ускладнення. З термодинамiчної точки зору – доцiльнiсть використання евтектичних розплавiв i розплавiв монoметалевих – однакова. Але евтектика – усе ж сплав декiлькакомпонентний а, як наслiдок, – схильний до седиментацiї (до виникнення мiкро- чи i макронеоднорiдностей структури розплаву) в умовах порушення термодинамiчної рiвноваги.

Найчастiше виникнення явища седиментацiї стимульовано такими факторами:

- недостатньою швидкiстю дифузiї перед фронтом кристалiзацiї;
- впливом гравitaцiйного поля (гравitaцiйна седиментацiя).

Останнє iстотно для багатокомпонентних розплавiв, що витримуються тривалий час у розплавленому або напiврозплавленому станi. Симульованi внаслiдок седиментацiйних процесiв неоднорiдностi складу можуть зумовити виникнення (посилення) негоризонтальної складової полиць кристалiзацiї.

Для унаочнення наведемо виконанi при однаковому збiльшеннi металографiчнi зображення сплаву *Li-Pb* евтектичної концентрацiї.

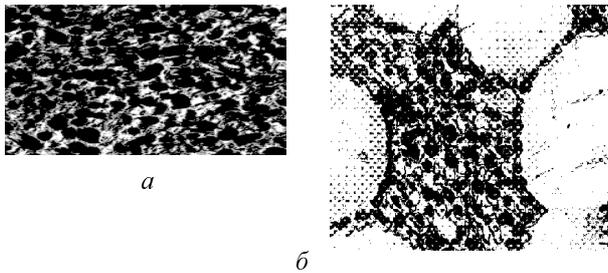


Рис. 1. а) Нормальний режим кристалiзацiї; б) кристалiзацiя з багатогодинною витримкою у розплавленому станi

Для розробки неруйнiвних методик (без демонтажу базової комiрки температурного репера) контролю рiвня наведеної неоднорiдностi нами було апробовано застосування методики акустичної емiсiї «АЕ». Методика аналізу АЕ-випромiювання «АЕ-в» частотного дiапазону 0.1÷1.5МГц була використана до сигналiв, згенерованих пiд час кристалiзацiї зразкiв сплаву з евтектикою рiзного процентного складу.

Для практичної перевiрки (тестової спроби) нами було вибрано систему Ga-In iз класичним видом евтектики, ранiше дослiджену нами (а також у [2]) рiзними методами у широкому температурному дiапазонi. Вибiр цiєї системи також зумовлений намирами використати надалi евтектичну концентрацiю цiєї системи як реального температурного репера. Для попереднього аналізу характерних рис спектра АЕ – синтезували з чистих (99.999%) вихiдних металiв сплави семи найхарактернiших концентрацiй (див. рис. 2).

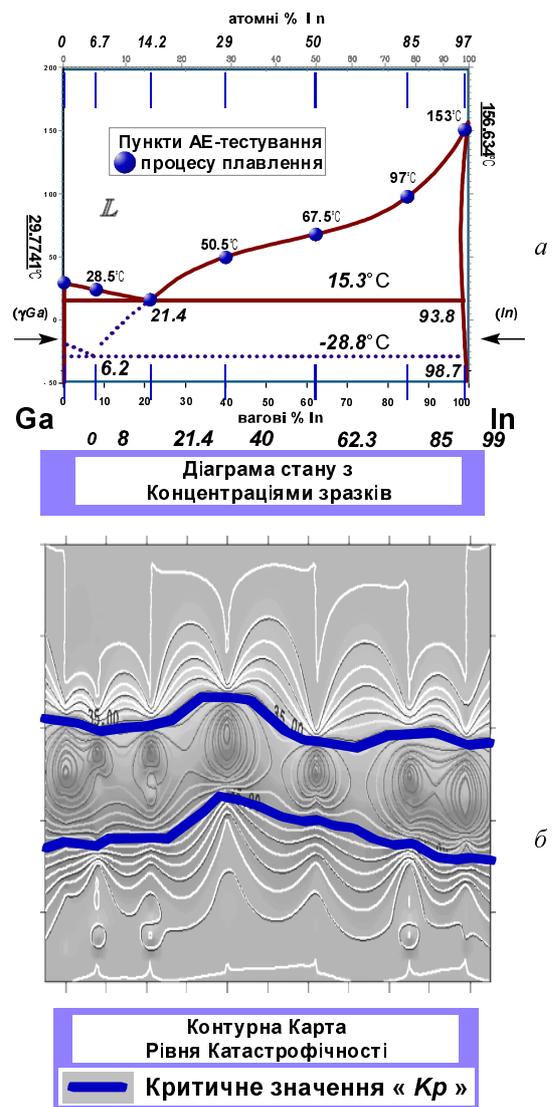


Рис. 2. Дiаграма стану з концентрацiями зразкiв, сумiщена з контурною картою рiвня катастрофiчностi АЕ-сигналiв, емiтованих при кристалiзацiї вказаних на дiаграмi концентрацiй розплавiв. “Висота” (ступiнь сiростi) – кiлькiсть нормованих сигналiв вказаної критичностi

Для забезпечення порівнюваності умов вивчення досліджуваних зразків – усі зразки розігрівалися з однієї температури (на 10°C нижче від лінії солідус біляевтектичних сплавів, після необхідного для кристалізації переохолодження виконувалась термостабілізація) до лінії рівного перегріву над ліквідусом (також на 10°C) для конкретної досліджуваної концентрації.

Конструкція установки розроблена на базі одноканального аналізатора АЕ-випромінювання типу «АКЕМ-6.22». Як зовнішній термостабілізуючий пристрій використовувалась ємкість з термостійким маслом, загальний об'єм якого у багато разів перевищує вимірювальну капсулу-комірку. Для вирівнювання теплового поля по висоті зразка застосовувалося примусове перемішування плинного термостабілізатора. Контролювався режим нагрівання за допомогою термопари, розташованої при стінці вимірювальної капсули. Для матеріалу комірки використовувався стабільний при максимальних досліджуваних температурах еластичний пластик (для усунення паразитних акустичних шумів через затирання об стінки при тепловому розширенні металу). Додаткова інформація є у [3].

Причини виникнення АЕ при процесах плавлення/кристалізації. Досліджувані нами процеси фазового переходу здійснюються не монотонно, а за рахунок почергових змін стану кластерів, що складають досліджуваний матеріал. Під *кластерами* ми маємо на увазі ті частини об'єму матеріалу, що відрізняються від інших енергетичним станом.

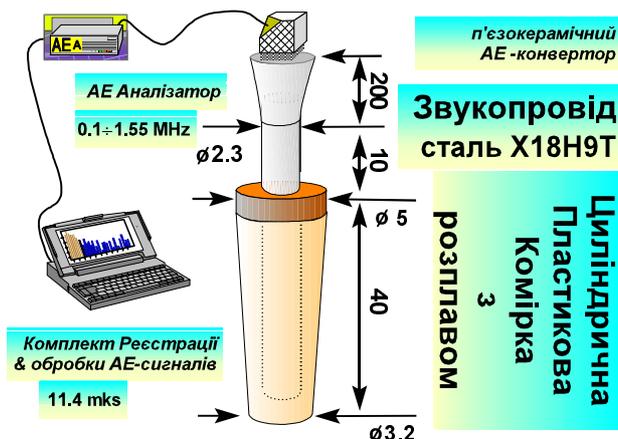


Рис. 3. Принципова схема установки

Кластерні структури наявні як у твердому, так і у розплавленому металі (а особливо – у температурному діапазоні поблизу кристалізації). Результатом такого енергетичного стану матеріалу є механізм нарощування об'єму нової фази за рахунок приєднання до неї блоків матеріалу (а не поодиноких атомів). Оскільки досліджувані фазові переходи супроводжуються зміною густини речовини, то фазовий перехід блока матеріалу супроводжуватиметься утворенням ударної хвилі, фронт якої йтиме до границь зразка. Та (реєстрована нами) її частина, що лежить у діапазоні $0.1\div 1.5$ МГц, розглядається нами як одиничний акт АЕ.

Вид та розміри кластерів істотно залежать від хімічного складу зразка в місці їхнього розвитку. При виникненні седиментаційних процесів (зокрема гравітаційних) зміна хімічного складу зумовить і зміну “кластерної будови”, а як наслідок – і зміну виду АЕ-випромінювання.

Як параметр АЕ, що відобразив би виникнення якісних змін у вигляді АЕ-в, було вибрано « K_p » – параметр катастрофічності випромінювання. K_p характеризує щільність виділення енергії. При перевищенні випромінюванням АЕ завчасно визначеного рівня характеристичних параметрів, що відповідає критичному для цього класу матеріалу – воно розглядається як сигнал від об'єму з деструкційними процесами.

На рис. 2, б наведено результати проведених досліджень. Для зручності виявлення кореляції їх з діаграмою стану – залежності, отримані на виході з вимірного комплексу у вигляді двовимірних представлень виду $K_p(N_p)$ переведені в тривимірну форму. (3-вимірна сітка побудована за допомогою методики Крігінг демонстраційної версії пакета Surfer {v.7, Golden Software, Inc}). N_p – кількість зареєстрованих АЕ-сигналів, що мають відповідні значення K_p . Для взаємозгодження – усі N_p нормалізовано по максимумам (вирівняно відповідно до висоти).

На рисунку світлою потовщеною лінією виділено значення K_p , що виокремлює (за попередньою оцінкою) сигнали, згенеровані областями матеріалу (клас-

терами), що, власне, здійснили фазовий перехiд (плавлення) вiд сигналiв, що мають нижчий рiвень катастрофiчностi а, отже, згенерованi менш катастрофiчними процесами (наприклад – взаємне затирання ще твердих зерен у напiврозплавленому об'ємi).

Аналізуючи рис. 5, можна вiдзначити значнi змiни виду селекторної кривої зi змiною спiввiдношення складових елементiв сплаву. Наявнiсть такої кореляцiї чiткiше можна спостерегти, розглядаючи вказану криву разом з кривою лiквiдус.

У ранiше виконаних нами рентгенографiчних структурних дослiдженнях [2] (у трохи повнiшому обсязi (менший крок по at%In) подано у [3]), було виявлено чiткiше видiлену змiну структури розплаву In-Ga у областi евтектичної концентрацiї та поблизу 50at%In. Це проявляється у нелiнійнiй змiнi залежностi $\{r_1\}$ -радиуса першої координацiйної сфери вiд концентрацiйного складу (⊗ – на рис.5). r_1 – (вiддаль, на якiй є найбільшим вiдхилення атомної густини $\rho(r)$ вiд ρ_0 – атомної густини, усередненої у макропросторi), є характеристикою, що досить чiтко реагує на змiни структури. Зокрема, наведена на рис. 5 залежнiсть вказує на iснування двох апроксимуючих положення r_1 лiній. Наявнiсть двох подiбних частин зауважуємо i для представленої на рисунку селекторної кривої – апроксимованих положень максимуму Kp .

З представлених вище мiркувань, пiдкрiплених результатами тестових дослiдiв, перспективною видається можливiсть створення методики, що дає змогу визначити рiвень змiн концентрацiї компонентiв розплаву на фронтi кристалiзацiї. Практично пiд час кристалiзацiї реперної комiрки необхідно контролювати стабiльнiсть параметрiв генерованої робочим елементом АЕ (або малого рiвня їх вiдхилення). Останнє, зокрема, дасть можливiсть визначити рiвень впливу зовнiшнiх аперiодичних завод на стабiльнiсть рiвня наближення до термодинамiчної рiвноваги пiд час кристалiзацiї чи плавлення (наприклад, неоднорiдностi жорсткого космiчного випромiнювання для репера, проєктованого пiд використання на орбiтальному модулi). Постiйна перевiрка змiни рiвня критич-

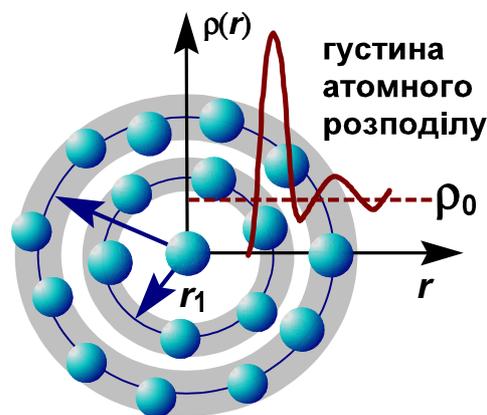


Рис. 4.

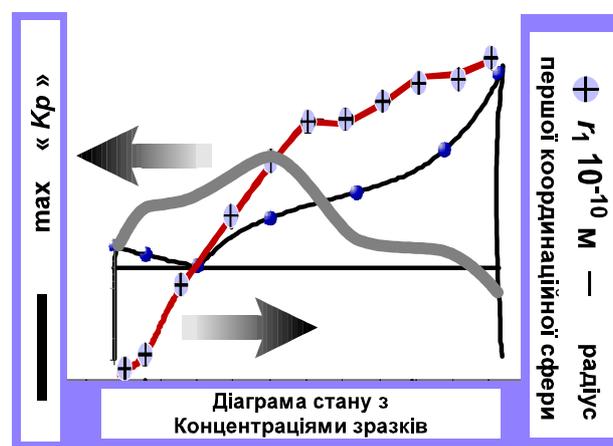


Рис. 5. Якісне зображення комплексного представлення максимального рiвня катастрофiчностi реєстрованих АЕ-сигналiв – « Kp » та радиуса першої координацiйної сфери – « r_1 » залежно вiд вагових процентiв In, доповнене фазовою діаграмою системи Ga-In

ностi реєстрованих сигналiв дасть iнформацiю, необхідну для прийняття рiшення щодо заходiв з пiдвищення однорiдностi робочого тiла шляхом впровадження зовнiшнiх нормалiзуючих енергетичних впливiв у об'єм використовуваного як робоче тiло розплаву евтектичної концентрацiї.

I. Stadnyk B., Prokhorenk S.. Expediency of using alloys of eutectic concentration as a working element of a temperature reference-point. // 8th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science.

ТЕМРЕКО`2001. 2. Клым М.М., Назм Э.Д., Прохоренко С.В. Особенности структуры эвтектических расплавов в системе In-Ga-Sn. // "Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов" Науч. сообщ. VII Всесоюзной конф. – Челябинск, 1990. -II, ч.1. -С.108-110. 3. Gebhard B., Halm Th., Hoyer W. The structure of liquid Ga-In alloys. //J.Non Cryst.

Solid. 192&193. -1995. - 306- 308 p. 4. Prokhorenko V., Prokhorenk S., Mudry S., Filonenko S., Bojar Z. Acoustic Emission Study of solid-liquid transition in $GaxIn1-x$ alloys //Proceedings of the 7th International Scientific Conference "Achievements in Mechanical & Material Engineering". – Gliwice. – 2001. P.475 – 478.