

УДК: 539.2:532.7:536.42:534.6

ФОРМИРОВАНИЕ ЛОКАЛЬНОГО СТРУКТУРНОГО ПОРЯДКА В РАСПЛАВЕ АЛЮМИНИЯ ПЕРЕД КРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ

© 2024 В. Б. Воронцов*, В. К. Першин

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

*E-mail metranpazh23-1@ya.ru

Поступила в редакцию 02.02.2024

После доработки 15.03.2024

Принята к публикации 06.06.2024

Представлены результаты Фурье-анализа спектров акустической эмиссии (АЭ) в области частот 20–200 кГц, возникающих при понижении температуры расплава алюминия от 860 до 660°C. Обсуждается связь акустических сигналов с процессами структурных преобразований в расплаве с изменением температуры.

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

DOI: 10.31857/S0235010624050028

ВВЕДЕНИЕ

Структурные преобразования в температурной области расплава, предшествующей переходу в упорядоченное состояние недостаточно изучены. Однако, именно в этой температурной области происходят события, результатом которых является возникновение кристаллического порядка [1–9]. В настоящей работе принята концепция, предполагающая существование частичного порядка в расплаве, меняющегося при изменении температура среды. В качестве экспериментального использован метод акустической эмиссии (АЭ), позволяющий регистрировать акустические сигналы, сопровождающие изменение температуры расплава, и на основании этого сделать некоторые выводы о структурных преобразованиях в расплаве.

Цель данной работы — проведение экспериментальных исследований спектров акустической эмиссии при охлаждении расплава алюминия, развитие представлений о существовании частичного порядка в жидком алюминии в температурной области расплава 860–660°C и связи структурных преобразований в среде с возникновением акустических сигналов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Экспериментальные исследования проведены на установке, схема которой дана в работе [10].

В настоящей работе получены спектры сигналов АЭ при охлаждении расплава алюминия и проведен Фурье-анализ амплитуды и частоты сигналов (АЭ) при снижении температуры расплава от 860°C до начала кристаллизации.

В работе использовался пьезоэлектрический преобразователь (ПЭП) с частотным диапазоном 20–200 кГц и коэффициентом усиления 92, $\kappa = 10^4$.

Расплав нагревался до соответствующей температуры затем она снижалась с шагом 20°C и расплав выдерживался при постоянной температуре в течение 15 мин; за это время записывался спектр (АЭ) и проводился амплитудно-частотный анализ сигналов АЭ. Для анализа акустического спектра использовались программы (ISVI) [11, 12]. Экспериментальные результаты сначала анализировались в аналоговой форме затем проводился Фурье-анализ каждого отдельного сигнала.

По результатам Фурье-анализа на основании аналитических зависимостей (1) и (2) [13] определялся коэффициент C_s по физическому смыслу отвечающий сумме амплитуд сигналов определенной частоты

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

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

где: T_0 – период сигнала, τ – время, w_s – эквидистантные значения, рассчитанные для комплексного Фурье коэффициента для точек $S = 0, 1, 2, \dots, (N-1)$.

Все частоты спектра условно подразделялись на две группы: низкочастотные для диапазона 20–60 кГц и высокочастотные для диапазона 90–200 кГц.

Температура расплава алюминия снижалась и по результатам Фурье-анализа спектров строились графики зависимости $\max. C_s$ от f для температур 800°C (рис. 1а) и 690°C (рис. 1б).

На основании результатов Фурье-анализа (рис.1) видно, что при перегреве расплава на 200°C выше температуры ликвидуса наблюдалась периодичность $\max. C_s$ с частотой следования 7–8 кГц. При уменьшении температуры расплава амплитуда сигналов (индекс C_s) в спектре низких частот уменьшается и при 690°C достигает уровня фона, а $\max. C_s$ для $f = 121$ кГц увеличивается и достигает при температуре 690°C наибольшей величины (рис. 2).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В настоящем эксперименте охлаждение расплава происходило со стороны тигля. Следовательно, можно предположить, что источником акустической эмиссии является температурный градиент в расплаве на границе со стенкой тигля. При резком уменьшении температуры происходит увеличение плотности расплава у стенки тигля и появляется волна изменения давления в направлении к центру тигля, которая вызывает градиент плотности атомов, генерируя кластеры [13, 14]. Считаем, что периодичность частот $\max. C_s$ отражает периодичность в формировании кластеров, а амплитуды сигналов являются энергетическим откликом продвижения каждого элемента зарождающегося кластера вглубь расплава. Можно представить начало формирования кластера в расплаве в условиях нашего эксперимента в виде ячеистой сетки, в которой каждой ячейке соответствует грань элементарной

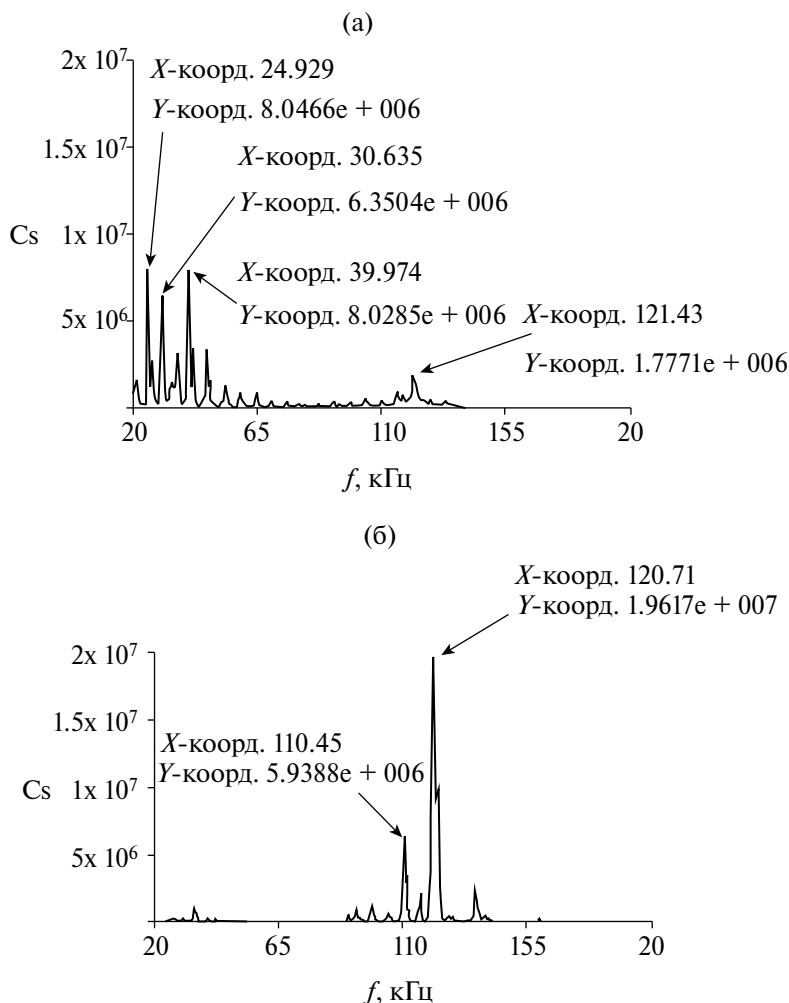


Рис. 1. Индекс Фурье. C_s в зависимости от частоты при охлаждении расплава алюминия от 860°C до 800°C (а) и 690°C (б), ($C_s = mV$).

ячейки алюминия (полного атомного состояния расплава в условиях нашего эксперимента достигнуто не было).

Продвижение элементарной ячейки алюминия вглубь расплава при охлаждении для каждого из элементов сетки отличается из-за разницы в поверхностной энергии; каждая ячейка продвигается на высоту соответствующей для нее числу n параметров решетки, начиная с 1. Продвижение кластера происходит до достижения высвободившимся при охлаждении объемом ΔV на границе кластера с расплавом критической величины поверхностного натяжения σ . При этом поверхность свободного объема нарушается с высвобождением звуковой или ультразвуковой энергии. Далее процесс повторяется, поэтому можно заключить, что процесс кристаллизации периодический. Расчет частоты f в зависимости от скорости продви-

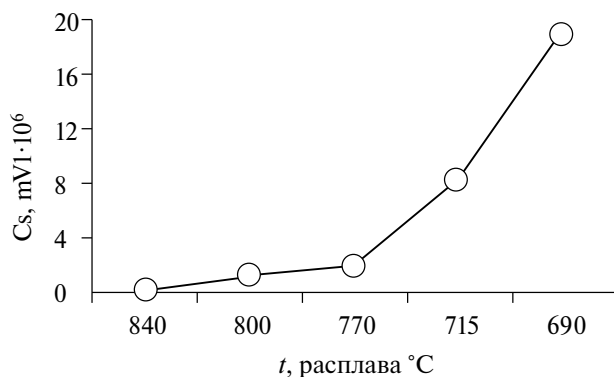


Рис. 2. График зависимости индекса C_s от t для частоты $f = 121$ кГц.

жения поверхности раздела кластера проводился из соотношения (3), полученного в работе [10]

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

где $V = 3.1$ мм/мин – величина скорости продвижения фронта кластера (считаем ее соответствующей скорости отвода тепла от стенки тигля, измеренной экспериментально); n = число межплоскостных расстояний $a = 4.05 \cdot 10^{-7}$ мм – параметр кристаллической решетки алюминия.

Сравнение расчетных и экспериментальных результатов f для температуры расплава 800°C (табл. 1) показало близость значений экспериментальных частот с теоретическими, подсчитанных по формуле (3) при условии параметра решетки алюминия равному $a = 4.3 \cdot 10^{-7}$ мм (на 15% больше известного).

На основании результатов таблицы 1 построена модель кластера для температуры расплава при 800°C (рис. 3а). В таблице 2 приведены расчеты частот f для температуры расплава 690°C .

На основании результатов таблицы 2 построена модель кластера для температуры расплава 690°C (рис. 3б).

В нашем эксперименте (рис. 1) увеличение параметра решетки алюминия при 800°C на 15% больше табличного можно объяснить увеличением межплоскостного расстояния решетки алюминия при перегреве расплава на 200°C выше температуры плавления [15]. Уменьшение величины макс. C_s для низкочастотной части спектра при снижении температуры объясняется снижением температурного градиента

Таблица 1. Теоретические и экспериментальные частоты f АЭ сигналов с макс. C_s для температуры расплава 800°C

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

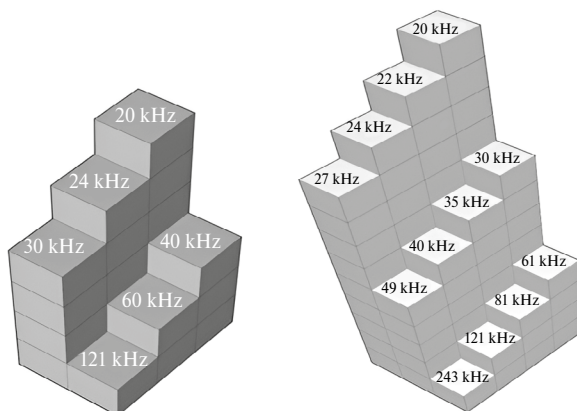


Рис. 3. Модели кластера, рассчитанные для расплава алюминия при температурах 800°C (а) и 690°C (б).

Таблица 2. Теоретические и экспериментальные частоты f с макс. C_s для температуры расплава 690°C

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
f теорет., кГц	243	121	81	61	49	41	35	30	27	24	22	20
f экспер., кГц	Нет данных	123	79	59	47	40	32	31	n/a	23	22	n/a

в расплаве. При приближении температуры расплава к температуре кристаллизации подвижность атомов снижается и остаются в расплаве только самые мощные, которые, группируясь образуют кластер с доминирующей частотой 121 кГц. В интервале частот 80–130 кГц амплитуды макс. C_s при температуре 690°C достигают максимальной величины (рис. 1б). Частота f в рамках используемой модели отвечает частоте единичной ячейке кластера алюминия, принадлежащего решетке алюминия, на ней путем присоединения других атомов выстраивается вся архитектура кластера алюминия (рис. 3б). Все частоты вертикальных элементов кластера (рис. 3б) соответствуют частотам с макс. C_s на (рис. 1б) в интервале частот 80–140 кГц. В итоге происходит формирование зародыша твердой фазы алюминия.

ВЫВОДЫ

1. На основании Фурье-анализа спектров акустической эмиссии сигналов (АЭ) в расплаве алюминия установлен закономерный характер их возникновения в температурной области предшествующих переходу в кристаллическое состояние.

2. Предложена качественная модель формирования локального порядка в температурной области расплава алюминия до начала кристаллизации. На основании этой модели проведено сравнение результатов расчета частот, возникающих при формировании кластеров, с экспериментальными данными и установлено удовлетворительное соответствие между ними.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Данилов В. И. Структура и кристаллизация жидкости. Избранные статьи. Киев: Изд-во АН УССР, 1956.
2. Александров В.Д. и др. Этапы развития кластерно-коагуляционной модели кристаллизации // Металлические конструкции. 2019. **25**. №1 С. 5-15.
3. Ладьянов В.И. Структурные превращения в металлических расплавах и их проявления при затвердевании и кристаллизации быстро закаленных сплавов. Ижевск, 2004.
4. Шарыкин Ю.И., Глазков В.П., Сквородько С.Н. и др. Нейтронографическое исследование структуры жидкого цезия // ДАН СССР. 1979. **244**. № 1. С. 78-82.
5. Астапкович А.Ю., Иолин Е.М., Козлов Е.Н. и др. Нейтронографическое исследование изменений структуры в жидком рубидии // ДАН СССР. 1982. **263**. № 16. С. 73-75.
6. Слуховский О.И., Лашко А.С., Романова А.В. Структурные изменения жидкого железа // Укр. физ. ж. 1975. **20**. С.1961-1965.
7. Веселов С.И. Рентгеновское исследование структуры сплавов Fe-C, CO-C, Ni-C в жидком состоянии: Автореферат диссертации к. ф.-м. н. 1975. С. 24 –32.
8. Zamiatin V.M. Anomaly on politerma the viscosiy of liquid alloys of the system aluminum-copper // ЖФХ. 1986. **60**. С. 243-245.
9. Базин Ю.А. О структурных превращениях в жидком алюминии // Известия вузов. Черная металлургия. 1985. **5**. С. 28-32.
10. 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**. P. 358-362.
11. Соколов О.В., Угодникова И.А. Программа Mathcad. Обработка с использованием методики, разработанной О.Б Соколовым и Л.А. Угодниковой. «Преобразования и ряды Фурье» (Методическое руководство). УрГУПС. 2005. С. 20-27.
12. Computer Program ISVI s.5.5.3: Instrumental Systems (Tachnology Corporation). М. 2009.
13. Воронцов В.Б., Першин В.К. Связь акустической эмиссии с локальной структурой перестройкой в неравновесном расплаве алюминия // Расплавы. 2019. № 4. С. 336-348.
14. Vorontsov V. B. and Pershin V. K. Experimental research of phase transition in a melt of high-purity aluminum // J. of Crystal Growth. 2016. **1**. P. 170-174.
15. Ватолин Н.А., Пастухов Е., Сермягин В.С. Влияние температуры на структуру жидкого алюминия // ДАН СССР. 1975. **222**. №3 С. 537-641.

**FORMATION OF LOCAL STRUCTURAL ORDER
IN THE ALUMINUM MELT BEFORE CRYSTALLIZATION**

V. B. Vorontsov*, V. K. Pershin

Ural State University of Railway Transport (UrGUPS), Yekaterinburg, Russia

**E-mail metranpazh23-1@ya.ru*

The results of an experimental study of acoustic emission spectra (AE) in the frequency range of 20–200 kHz, which occur when the temperature of the aluminum melt decreases from 860 to 660°C. The paper discusses the relationship between acoustic signals and the processes of structural transformations in the melt as the temperature.

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

REFERENCES

1. Danilov V. I. *Struktura i kristallizatsiya zhidkosti. Izbrannyye stat'i* [Structure and crystallization of liquid. Selected articles] Kiyev: Izd-vo AN USSR, 1956. [In Russian].
2. Aleksandrov V.D. i dr. *Etapy razvitiya klasterno-koagulyatsionnoy modeli kristallizatsii* [Structure and crystallization of liquid. Selected articles] // *Metallicheskiye konstruksii*. 2019. **25**. №1. P. 5–15. [In Russian].
3. Lad'yanov V.I. *Strukturnyye prevrashcheniya v metallicheskih rasplavakh i ikh proyavleniya pri zatverdevanii i kristallizatsii bystro zakalannykh splavov*. Izhevsk, 2004. [In Russian].
4. Sharykin Yu.I., Glazkov V.P., Skovorod'ko S.N. i dr. *Neytronograficheskoye issledovaniye struktury zhidkogo tseziya* [Neutron diffraction study of the structure of liquid cesium] // *DAN SSSR*. 1979. **244**. № 1. P. 78–82. [In Russian].
5. Astapkovich A.Yu., Iolin Ye.M., Kozlov Ye.N. i dr. *Neytronograficheskoye issledovaniye izmeneniy struktury v zhidkom rubidii* [Neutron diffraction study of structural changes in liquid rubidium] // *DAN SSSR*. 1982. **263**. № 1b. P. 73–75. [In Russian].
6. Slukhovskiy O.I., Lashko A.S., Romanova A.V. *Strukturnyye izmeneniya zhidkogo zheleza* [structural changes in liquid iron] // *Ukr. fiz. zh.* 1975. **20**. P. 1961–1965. [In Russian].
7. Veselov S.I. *Rentgenovskoye issledovaniye struktury splavov Fe-C, CO-S, Ni-S v zhidkom sostoyanii* [X-ray study of the structure of Fe-C, CO-C, Ni-C alloys in the liquid state]: Abstract of the dissertation of cand. of phys. and mathem. sciences. 1975. P. 24–32. [In Russian].
8. Zamiatin V.M. *Anomaly on politerma the viscosiy of liquid alloys of the system aluminum-copper* [Anomalies on the politeness of the viscosity of liquid alloys of the aluminum-copper system] // *ZHFKH*. 1986. **60**. P. 243–245. [In Russian].
9. Bazin Yu.A. *O strukturnykh prevrashcheniyakh v zhidkom alyuminii* [On structural transformations in liquid aluminum] // *Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya*. 1985. **5**. P. 28–32. [In Russian].
10. 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**. P. 358–362.
11. Sokolov O.B., Ugodnikova I.A. *Programma Mathcad. Obrabotka s ispol'zovaniyem metodiki, razrabotannoy O.B Sokolovym i L.A. Ugodnikovoy. «Preobrazovaniya i ryady Fur'ye» (Metodicheskoye rukovodstvo)* [Mathcad program. Processing using the technique developed by O.B. Sokolov and L.A. Ugodnikova. "Fourier Transformations and Series" (Methodological Guide)]. Ural State Transport University. 2005. P. 20–27. [In Russian].
12. *Computer Program ISVI s.5.5.3: Instrumental Systems* (Tachnology Corporation). M. 2009.
13. Vorontsov V.B., Pershin V.K. *Svyaz' akusticheskoy emissii s lokal'noy strukturoy perestroykoy v neravnovesnom rasplave alyuminiya* [Relationship between acoustic emission and local structure rearrangement in nonequilibrium aluminum melt] // *Rasplavy*. 2019. № 4. P. 336–348. [In Russian].
14. Vorontsov V. B. and Pershin V. K. *Experimental research of phase transition in a melt of high-purity aluminum* // *J. of Crystal Growth*. 2016. **1**. P. 170–174.
15. Vatolin N.A., Pastukhov Ye., Sermiyagin V.S. *Vliyanie temperatury na strukturu zhidkogo alyuminiya* [Effect of temperature on the structure of liquid aluminum] // *DAN SSSR*. 1975. **222**. №3. P. 537–641. [In Russian].