

Math-Net.Ru

All Russian mathematical portal

E. G. Pashuk, B. P. Pashaev, Ultrasonic Velocity in Metallic Melts in a Wide Temperature Range, *TVT*, 1980, Volume 18, Issue 2, 312–316

Use of the all-Russian mathematical portal Math-Net.Ru implies that you have read and agreed to these terms of use

<http://www.mathnet.ru/eng/agreement>

Download details:

IP: 18.97.14.81

February 15, 2025, 02:54:57



УДК 534.22:546.3

## ИССЛЕДОВАНИЕ СКОРОСТИ УЛЬТРАЗВУКА В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ РАСПЛАВАХ В ШИРОКОМ ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР

*Пашук Е. Г., Пашаев Б. И.*

Описана полуавтоматическая установка для измерения скорости ультразвука в металлических расплавах в интервале температур от комнатной до 1000 К. Точность абсолютных измерений  $\pm 0,15\%$ . Применение «метода сравнения фаз» позволило достичь чувствительности  $5 \cdot 10^{-3}$ . Приведены результаты контрольных измерений в жидких индии и висмуте.

В металлических расплавах температурный коэффициент скорости ультразвука  $c^{-1} \partial c / \partial T$  весьма мал  $\sim 10^{-4}$  [1], поэтому установки для ультразвуковых исследований жидких металлов и сплавов наряду с достаточной точностью должны обладать повышенной чувствительностью. Известно [2–4], что импульсные интерферометры с постоянной базой обладают чувствительностью, достигающей  $10^{-5} - 10^{-7}$ , и широко используются для ультразвуковых исследований тонких эффектов в твердых телах. Однако считается, что эти методы неприменимы для высокотемпературных исследований в расплавах по ряду причин, главной из которых является возникновение ложных отражений при распространении импульсов по волноводу. Проведенные исследования показали, что влияние этого фактора не столь велико.

Предлагаемая установка (рис. 1) реализует «метод сравнения фаз» [5], основанный на наблюдении интерференции пары ультразвуковых импульсов, прошедших различный путь в образце.

Образец 1 залит в объем, образованный калиброванным по высоте кольцом 2 и торцами сжимающих его волновода 3 и отражателя 4. В отражателе имеется полость для подпитки образца. Нижний торец волновода ввинчен в водяной холодильник вакуумной камеры с высокочастотным вводом.

Расчетная формула метода для рассматриваемого случая имеет вид

$$c = \frac{4lf_n}{N - \varphi_n/\pi} (1 + \psi), \quad (1)$$

где  $l$  — длина образца (высота кольца);  $f_n$  — частота  $n$ -го минимума интерференции;  $\psi$  — поправка на температурное расширение;  $N = \langle 2f_n / \Delta f_n \rangle$  — число полудлин волны ультразвука, укладываемых на акустическом пути  $2l$  ( $\langle \rangle$  означают округление до целого);  $\varphi_n$  — суммарный сдвиг фазы интерферирующих импульсов при их отражении от границ раздела волновод-образец и образец-отражатель;  $\Delta f_n = f_{n+1} - f_n$  — разность частот двух соседних минимумов.

Когерентная помеха приводит к появлению дисперсии при измерении  $f_n$  [6], что ограничивает чувствительность установки

$$\frac{\sigma_c}{c} \approx \frac{\sigma_{f_n}}{f_n} = \frac{c}{4\pi K_m f_n}, \quad (2)$$

где  $K_m$  — отношение сигнал — помеха. Используется волновод из стали 12Х18Н9Т диаметром 30 и длиной 200 мм, на боковую поверхность которого, согласно рекомендации [7], нанесена резьба.

До температуры 1000 К при достижении удовлетворительного акустического контакта волновода с образцом величина  $K_m \geq 40$ , тогда при высоте образца  $l=8$  мм чувствительность установки на частоте 10 мГц составит  $\sim 3 \cdot 10^{-5}$ .

Для достижения однородности температурного поля образца и волновода используются две ПИД-системы автоматического регулирования (САР), построенные на базе стандартных блоков регуляторов ВРТ-3.

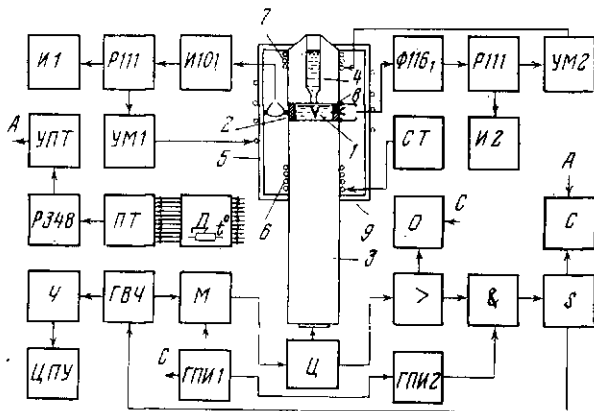


Рис. 1. Блок-схема установки для измерения скорости ультразвука в металлических расплавах

Температура образца изменяется с помощью основной печи 6 (рис. 1), питаемой стабилизатором (СТ). Предусмотрена возможность временного скапирования его выходного напряжения. Аксиальные градиенты температуры образца минимизируются первой САР, которая управляет мощностью верхней печи 7, сводя к «нулю» сигнал от дифтермопары 8. Радиальные градиенты температуры компенсируются активным боковым экраном 9, печь которого питается от второй САР. Температура образца измеряется ХА-термопарами, отградуированными по образцовому платиновому термометру сопротивления ПТС, закрепленным в глухих радиальных сверлениях кольца 2. Погрешность измерения температуры, включающая в себя неоднородность температурного поля образца и инструментальную погрешность термопар, составляет 0,15; 0,3 и 0,8 К для температур 500, 700 и 1000 К соответственно.

Электронная часть установки состоит из генератора высокой частоты ГВЧ (рис. 1), частотомера Ч, модулятора М, циркулятора Ц, генераторов прямоугольных импульсов ГПИ-1, ГПИ-2, осциллографа О, селектора &, экстремального регулятора S, самописца С и цифropечатающего устройства ЦПУ. Ее работа в неавтоматическом режиме аналогична описанной в [8].

В автоматическом режиме центральная часть протектированных радиоимпульсов, соответствующих интерферирующим эхо-импульсам образца, вырезается селектором & и поступает в экстремальный регулятор S, который управляет частотой ГВЧ так, чтобы свести к минимуму их амплитуду. Выходной сигнал экстремального регулятора, пропорциональный скорости ультразвука, записывается самописцем С. Одновременно на том же самописце записывается поступающий через усилитель постоянного тока УПТ сигнал термопары. Таким образом, осуществляется непрерывная запись изменения скорости ультразвука от температуры. Соответ-

вующие абсолютные значения вычисляются по величинам  $f_n$ , снимаемым с цифроречевого устройства ЦПУ.

Модулятор М выполнен по схеме [9], циркулятор Ц и селектор & по схеме [10]. Усилитель > [11] имеет коэффициент усиления до 60 дБ в полосе частот 8–12 МГц при шуме 20 мкВ. Остальные приборы установки серийные. ГВЧ-синтезатор частоты Ч6-31, ГПИ-1 и ГПИ-2, Г5-7А и Г5-15, осциллограф TR-4650, частотомер Ф5041, ЦПУ Ф5033 К.

**Систематические погрешности.** Зависимость скорости ультразвука  $c$  от длительности импульса  $\tau_n$  не наблюдалась, поэтому полученные значения  $c$  отождествляются с фазовой скоростью гармонической волны. При тарировке установки по дистиллированной воде оценено изменение  $c$

Полином	Температурный интервал	Литература
$(2215 \pm 44) - (0,5 \pm 0,6) (T - T_{пл})$	430–533	[14]
$(2318 \pm 2,3) - (0,300 \pm 0,01) (T - T_{пл})$	430–723	[15]
$(2314 \pm 2,3) - (0,296 \pm 0,001) (T - T_{пл})$	430–618	[16]
$(2315 \pm 4,6) - (0,270 \pm 0,02) (T - T_{пл})$	430–1223	[17]
$(2290 \pm 4,6) - (0,227 \pm 0,02) (T - T_{пл})$	430–1073	[18]
$(2360 \pm 35) - (0,30 \pm 0,16) (T - T_{пл})$	430–773	[19]
$(2312 \pm 4) - (0,300 \pm 0,003) (T - T_{пл})$	430–1000	Данные усреднения
$(2313 \pm 1,5) - (0,299 \pm 0,0015) (T - T_{пл})$	—	

с длиной акустического пути. Полученная таким образом экспериментальная дифракционная поправка не превышала  $10^{-4}$ , что согласуется с вычисленной по [4] величиной. Влияние волноводных эффектов также проверялось при экспериментах с водой путем использования колец 2 (рис. 1) различного внутреннего диаметра. Изменения значений скорости ультразвука с изменением диаметра 28–15 мм не превышали воспроизводимости данных при переборке ячейки ( $\pm 0,05\%$ ).

При отражении ультразвуковых импульсов от границ раздела неизбежны фазовые искажения  $\varphi_n$  в (1). Оценка их влияния на точность измерения  $c$  необходима при любом методе измерения с постоянной базой. Поправка на угол сдвига фазы в первом приближении вводится при округлении  $N$  в формуле (1), как описано в [8]. Это правомерно, если  $\varphi_n < \pi/2$ . Сдвиг фазы из-за поглощения ультразвука в волноводе и образце можно рассчитать [5]. Для стального волновода и расплава индия эта величина не превышает  $2 \cdot 10^{-5}$  на частоте 10 МГц. Остается открытым вопрос о влиянии микрогеометрии контактирующих с образцом торцов волновода и отражателя, поскольку все методы расчета соответствующего сдвига фазы предполагают знание импеданса переходного слоя. Критерием малости этой погрешности может служить малость частотной дисперсии скорости, если таковая не присуща исследуемому образцу. При наличии хорошего акустического контакта кажущаяся частотная дисперсия  $c$  не превышает  $5 \cdot 10^{-5}$ . Неучтенная систематическая погрешность, связанная с неплоскостностью торцов, равная полусумме максимальных величин неплоскостности волновода, кольца и отражателя, не превышает  $8 \cdot 10^{-4}$ .

Таким образом, общая неучтенная систематическая погрешность не более  $10^{-3}$ . При тарировке установки по дистиллированной воде в интервале температур 283–353 К получены результаты, отличающиеся от данных [12] на 0,02–0,04%.

**Случайная погрешность.** Максимальная случайная погрешность с вероятностью 0,95  $\delta_c$  рассчитывается по известным дисперсиям частных измерений [13], исходя из расчетной формулы (1)

$$\delta_c = 2 \left[ \left( \frac{\sigma_l}{l} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_{f_n}}{f_n} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_N}{N} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_\psi}{1+\psi} \right)^2 + \left( \frac{1}{c} \frac{\partial c}{\partial T} \right)^2 \sigma_T^2 \right]^{1/2}. \quad (3)$$

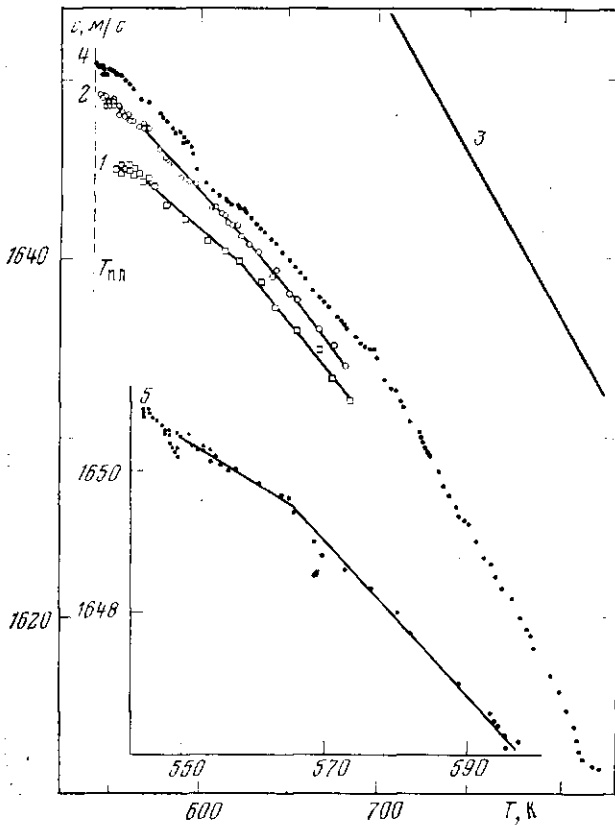


Рис. 2. Температурная зависимость скорости ультразвука в жидком висмуте: 1 — [16]; 2 — [24]; 3 — [21]; 4, 5 — наши данные

Погрешность в измерении высоты образца  $l$  равна инструментальной погрешности длинномера ИЗВ-2  $\pm 0,002$  мм.

Найденная при обработке ряда измерений  $f_n$  дисперсия  $\sigma_{f_n}$  хорошо согласуется с рассчитанной по (2) величиной. Целое число  $N$  определяется достоверно; погрешность определения поправки на расширение кольца  $\sigma_\psi \approx \sigma_\alpha T$ . Здесь  $\alpha$  — средний коэффициент линейного расширения материала кольца;  $\sigma_\alpha$  — дисперсия его измерения. Последний член в (5) учитывает погрешность температурного отнесения.

Были проведены контрольные измерения с индисм Ин-000 в интервале температур от точки плавления до 1000 К. Образец обезгаживался при 1100 К под вакуумом  $10^{-5}$  мм рт. ст. в кварцевом тигле, герметично соединенном с полостью отражателя. Затем перегонялся в рабочий объем через капилляр в дне тигля при медленном запуске гелия марки ВЧ. Измерения проведены в среде гелия ВЧ под избыточным давлением 100 мм рт. ст. Экспериментальные данные обработаны методом наименьших квадратов с введением статистических весов по методике [13].

Полученный полином и полиномы других авторов приведены в таблице. Абсолютная погрешность измерений равна сумме систематической и вычисленной по (3) случайной погрешностей. Погрешность производной  $dc/dT$  найдена в процессе обработки массива данных и согласуется с вычисленной по частным погрешностям. В таблице также приведен полином, полученный статистической обработкой всех данных по методике [13]. Наши данные согласуются с усредненными как по абсолютному значению, так и по температурной производной.

О температурной зависимости скорости ультразвука в жидком висмуте существуют весьма противоречивые мнения. Авторы [14, 18–20] обнару-

жили линейную зависимость скорости ультразвука от температуры с различными значениями  $\partial c/\partial T$  от 0,1 до 0,8. В работах [16, 21–23] сообщается об отсутствии температурной зависимости  $c$  вблизи  $T_{пл}$ . И, наконец, авторы [16, 21, 24] обнаружили нелинейную зависимость скорости ультразвука от температуры. Наши результаты для висмута ОСЧ 11-4 и данные [16, 21, 24] приведены на рис. 2. Вблизи  $T_{пл}$  до 548 К зависимость линейна,  $\partial c/\partial T=0,062\pm 0,008$ , что согласуется с [24]. В интервале 548–551 К имеется аномалия, незначительно превышающая чувствительность установки. Это отклонение от линейности видно на результатах [24] и, видимо, было принято за отсутствие температурной зависимости в работе [16] вследствие отсутствия измерений вблизи точки плавления. При  $564\pm 2$  К на результатах обнаруживается излом, так что  $\partial c/\partial T=0,113\pm 0,002$ . Температура этого излома близка к температуре аномалий электропроводности жидкого висмута, обнаруженных в работах [25, 26]. При температуре 703 К имеется еще один излом —  $\partial c/\partial T$  становится равным  $0,184\pm 0,003$ .

Таким образом, скорость ультразвука в жидком висмуте вблизи точки плавления линейно зависит от температуры. В интервале 548–830 К эта зависимость, вообще говоря, нелинейна, что свидетельствует о наличии структурных изменений.

Дагестанский государственный университет им. В. И. Ленина

Поступила в редакцию  
26 II 1979

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Дж. Веббер, Р. Стефанс. В кн. Физическая акустика, 4. «Мир», 1970.
2. Р. Труэлл, Ч. Эльбаум, Б. Чик. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. «Мир», 1972.
3. Г. Мак-Скимин. В кн. Физическая акустика, 1. «Мир», 1966.
4. А. Е. Колесников. Ультразвуковые измерения. Изд. стандартов, 1970.
5. Н. J. McSkimin. J. Acoust. Soc. Amer., 29, 11, 1185, 1957.
6. R. J. Blume. Rev. Sci. Instr., 34, № 12, 1400, 1964.
7. Н. J. McSkimin. J. Acoust. Soc. Amer., 34, № 3, 287, 1959.
8. В. Е. Иванов, Л. Г. Меркулов, В. А. Щукин. Ультразвуковая техника. вып. 2–3, 1965.
9. Н. J. McSkimin. J. Acoust. Soc. Amer., 34, № 4, 404, 1962.
10. Е. Литов. Приборы для научных исследований, № 7, 96, 1976.
11. М. А. Кришталл и др. Электронная аппаратура ультразвуковых установок для исследования свойств твердого тела. «Энергия», 1974.
12. О. Кубилюнене, В. Илгунас. В сб. Вопросы методики ультразвуковой интерферометрии, вып. 2. Изд. Вильнюск. ун-та, 1967.
13. О. А. Сергеев. Метрологические основы теплофизических измерений. Изд. стандартов, 1972.
14. O. J. Kleppa. J. Chem. Phys., 18, 1331, 1950.
15. R. T. Veuer, A. B. Correns. Proc. 5th Intern. Comm. Acoust. Congr., Liege, 1965.
16. J. E. Hill, A. L. Ruoff. Chem. Phys., 43, № 6, 2150, 1965.
17. М. Б. Гигис, И. Г. Михайлов. Акуст. ж., 12, № 1, 17, 1966.
18. И. Ф. Отпущенников, Г. В. Конюченко. В сб. Ультразвук и физико-химические свойства веществ. Курск, 193, 1971.
19. А. М. А. Магомедов, Б. П. Пашаев. ТВТ, 9, 4, 1971.
20. В. И. Илгунас, Э. П. Яронис. Реферат докл. 4 Всес. акуст. конф., 59, 1958.
21. М. Б. Гигис, И. Г. Михайлов. Акуст. ж., 11, № 4, 434, 1965.
22. И. Г. Полоцкий, В. Ф. Таборов, Э. Л. Ходов. Акуст. ж., 5, № 2, 202, 1959.
23. В. И. Стремозов, Б. Г. Марков. ЖФХ, 46, 3, 742, 1972.
24. R. T. Smith, G. M. Webber, E. Young. Adv. Phys., 16, № 63, 515, 1967.
25. Ю. И. Дурчак. ФММ, 11, 290, 1961.
26. G. C. Vezzoli. Phys. State. Sol., A48, № 1, K75, 1978.