

УДК620.179.17-715.6

## АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ В ЖИДКОСТИ ПРИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССАХ ДЕГАЗАЦИИ

© Д.М.Кузнецов, д.т.н., проректор по научной работе

Ростовская государственная академия сельскохозяйственного машиностроения, г.Ростов-на-Дону

[Kuznetsovdm@mail.ru](mailto:Kuznetsovdm@mail.ru)

А.Н.Смирнов, к.х.н., старший научный сотрудник

Государственный институт физико-технических проблем, г.Москва

[a.n.smirnov@mail.ru](mailto:a.n.smirnov@mail.ru)

### Аннотация

Рассмотрена возможность использования метода акустической эмиссии для изучения процессов, проходящих в жидкой среде с выделением газовой фазы. В частности, показано, что в процессе удаления газов из жидкости при пропитке твердых материалов идентифицируются несколько различных акустико-эмиссионных картин, что свидетельствует о сложности и многостадийности процесса импрегнирования. Полученные данные позволяют спрогнозировать сферу применения метода АЭ не только для изучения процесса импрегнирования, но для разработки надежного и неразрушающего метода контроля глубины и полноты пропитки.

### PAPER TITLE IN ENGLISH

The possibility of using the acoustic emission method for study of the processes, passing in fluid ambience with separation of the gas phase, was considered. In particular, it was shown that in the process of removing gases out from liquid while soaking hard materials several different acousticses-emission pictures are identified. It evidences complexity and multistage character of soaking are. The data obtained allow to forecast the sphere of using the AE method not only for study of the soaking process, but also for development of reliable and nondestroying method of controlling the depth and fullness of soaking.

### Введение

Физическая природа возникновения акустической эмиссии (АЭ) связана с микропроцессом деформирования и разрушения твердых материалов /1/. Согласно ГОСТ 27655-88 «Акустическая эмиссия - излучение упругих волн, возникающее в процессе перестройки внутренней структуры твердых тел». Применительно к твердым материалам этот метод получил широкое распространение. В первую очередь в дефектоскопии, где целью АЭ контроля обычно является обнаружение, определение координат и слежение (мониторинг) за источниками акустической эмиссии, связанными с дефектами металла объектов или сварных соединений, а также для оценки скорости развития дефекта в целях заблаговременного прекращения эксплуатации или испытаний и предотвращения разрушения изделия.

Именно поэтому сравнительно редко публикуются материалы, посвященные использованию этого метода для изучения процессов в жидкости /2/, и в большинстве своем природа акустической эмиссии в жидкости обычно связывается с генерацией акустических волн твердыми веществами, например, при процессах плавления или кристаллизации /3-5/. В тоже время диагностика физико-химических процессов в жидкости также нуждается в разработке бес-

контактного и исключительно информативного метода, каким является метод АЭ. Единственной достаточно широко распространенной сферой использования метода АЭ применительно к жидкости является АЭ утечки /6/ (регистрация АЭ сигналов при определении образования свищей, сквозных трещин, протечек в уплотнениях, заглушках, арматуре и фланцевых соединениях).

Целью данной работы являлось теоретическое и экспериментальное обоснование возможности расширения сферы АЭ применительно к жидким средам.

В первую очередь изучались физико-химические процессы в жидкости, сопровождающиеся образованием газовой фазы. В процессе образования газовой фазы в жидкости явления схлопывания газовых пузырьков вызывает волны напряжения. Распространение волн напряжения в материале – это и есть акустическая эмиссия. Следовательно, все процессы, так или иначе связанные с образованием газовой фазы в жидкости ( кипение, импрегнирование, кавитация и т.д.) должны сопровождаться генерацией акустических сигналов.

Одним из таких процессов, получивших широкое распространение, является импрегнирование. В настоящее время этот процесс используется в различных сферах машиностроения (пропитка двигателей изоляционным лаком), в огнеупорной промышленности и металлургии (пропитка графитируемых электродов каменноугольным пеком), строительстве и транспорте (пропитка изделий из древесины). В процессе импрегнирования жидкость (импрегнат) проникает в поры твердого тела, вытесняя газовую среду. В случае достаточно крупнопористого материала процесс вытеснения жидкостью газа может быть слышен даже в звуковом диапазоне. При применении высоковязких жидких сред и микропористого материала этот процесс уже находится вне рамок звукового диапазона (20 Гц÷20 кГц), но этот факт отнюдь не означает отсутствия явления индуцирования акустических сигналов.

При пропитке единичного капилляра и вытеснения микроскопического пузырька газа в жидкость происходит отрыв и схлопывание пузырька, т.е процесс разрежения и уплотнение среды, а следовательно, - образование волн напряжения. Возбуждаемая единичная акустическая волна настолько имеет слабую энергию, что вследствие процессов затухания в жидкой среде ее энергия практически не доходит до поверхности. Но в том случае, если этот процесс имеет место в достаточно крупном образце с множеством пор, то в этом случае происходит усиление акустического сигнала, что следует из известных формул акустических расчетов /7/, а, следовательно, становится возможна регистрация акустических колебаний.

Экспериментально установлено, что при пропитке пористых материалов (минеральные образцы, ткани, металлические изделия сложной формы) индуцируются сигналы акустической эмиссии в частотном диапазоне 100-500 кГц. Генерируемые в процессе пропитки сигналы АЭ имеют характерную динамику, которая в свою очередь определяется как реологией импрегната, так и пористой структурой импрегнируемого тела. Немаловажную роль играет также и смачиваемость материала и внешние условия, такие как величина предварительного вакуумирования и давление при пропитке. Поэтому всестороннее изучение этих взаимосвязей достаточно трудоемкая и длительная задача.

В качестве изучаемых параметров АЭ выбраны следующие /8/ (рис.1):

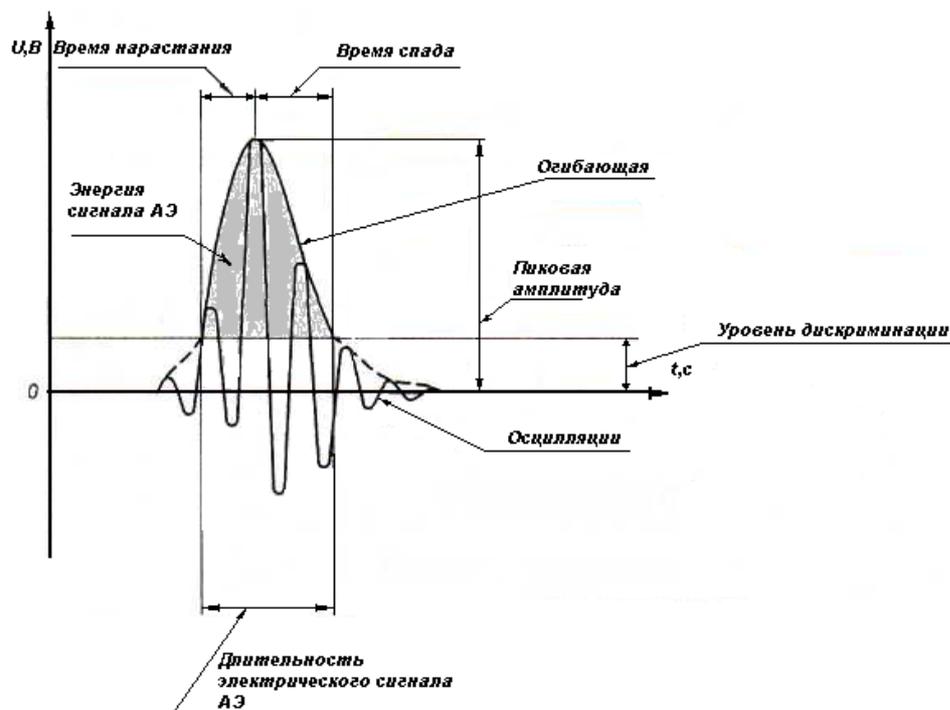


Рис.1. Основные регистрируемые параметры АЭ

*Длительность* электрического сигнала АЭ  $T_0$  [с] - время нахождения огибающей электрического импульса АЭ над порогом ограничения. Диапазон изменения  $10^{-4} \dots 10^{-8}$  с.

*Время нарастания*  $\Delta t_n$  [с] - промежуток времени между появлением огибающей импульса АЭ над порогом ограничения и достижением огибающей ее максимальной амплитуды.

*Суммарный счет АЭ (total emission) N* [имп.] - число зарегистрированных превышений импульсами АЭ установленного уровня дискриминации (ограничения).

*Выбросы АЭ* [имп.] - количество осцилляций, превышающих установленный уровень дискриминации в период нахождения огибающей электрического импульса АЭ над порогом ограничения.

*Активность АЭ (acoustic emission count rate) N* [имп./с] - производная по времени суммарного счета АЭ. Диапазон изменения  $0 \dots 10^{15}$  [имп./с].

*Энергия* электрического сигнала АЭ  $E_c$  [Дж] - измеренная площадь под огибающей электрического сигнала АЭ. Диапазон изменения  $10^{-9} \dots 10^{-5}$  Дж.

## Методика эксперимента

Изучение индуцируемых сигналов АЭ в процессе пропитки проводилось с применением акустико-эмиссионного комплекса A-Line 32. Комплекс A-Line 32 представляет собой многоканальную систему регистрации АЭ событий и позволяет проводить параллельно до 8 экспериментов. Частотный диапазон используемых пьезодатчиков составлял 100-500 кГц. Схема эксперимента представлена на рис.2. Образец керамики помещался в стеклянную емкость с исследуемой жидкостью. В качестве образца керамики использовались специально приготовленные гипсовые изделия одного и того же веса, приготовленные по единой технологии. Форма емкости выбиралась таким образом, чтобы обеспечить усиление индуцируемого АЭ сигнала. Керамический образец в процессе пропитки не соприкасался со стенками емкости, поэтому регистрируемые акустические сигналы не были паразитными и являлись результатом исключительно физико-химического процесса импрегнирования.

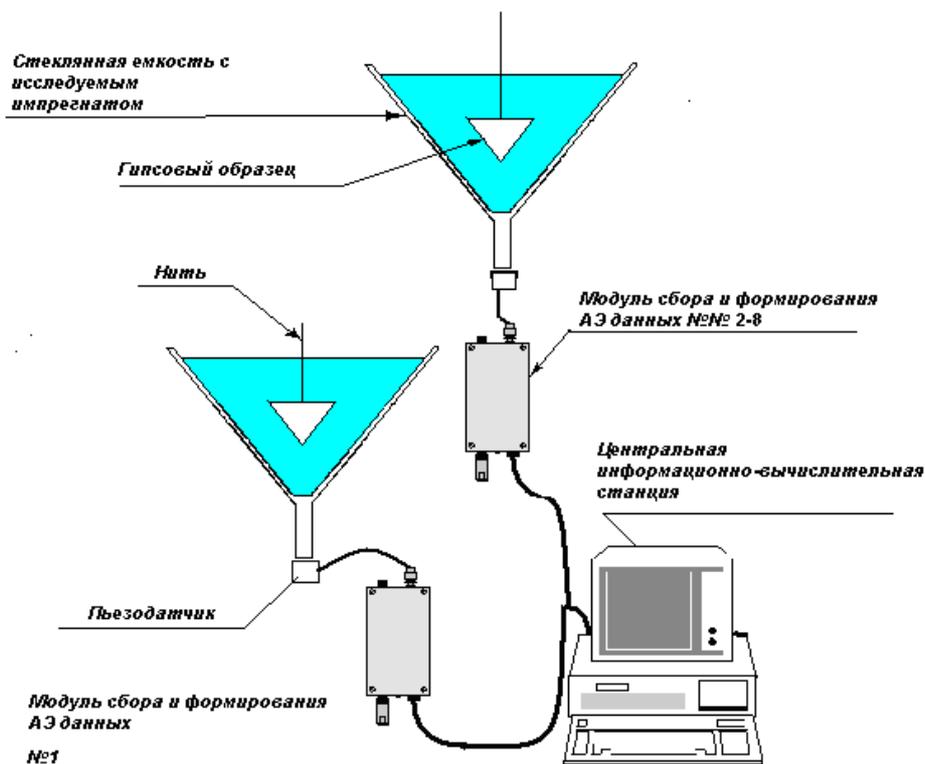


Рис.2. Схема проведения эксперимента по изучению сигналов АЭ

### Проведение эксперимента и анализ полученных результатов

С момента погружения образца в жидкость зарегистрировано индуцирование акустических сигналов, причем их характеристики, в частности амплитуда, энергия и длительность с самого начала свидетельствовали об интенсивности процесса (рис.3,4). По мере пропитывания образца наблюдалась динамика изменения всех параметров АЭ. Так, зарегистрировано наличие двух пиков активности АЭ, причем максимальная активность АЭ зависит от вязкости жидкости. С ростом вязкости жидкости величина активности снижается. На рис. 3 представлены данные по изменению активности АЭ и суммарного счета сигналов в случае пропитки керамического образца трансформаторным маслом, а на рис.6 – в случае пропитки аналогичного образца водой. На рис 4 показана динамика выбросов АЭ.

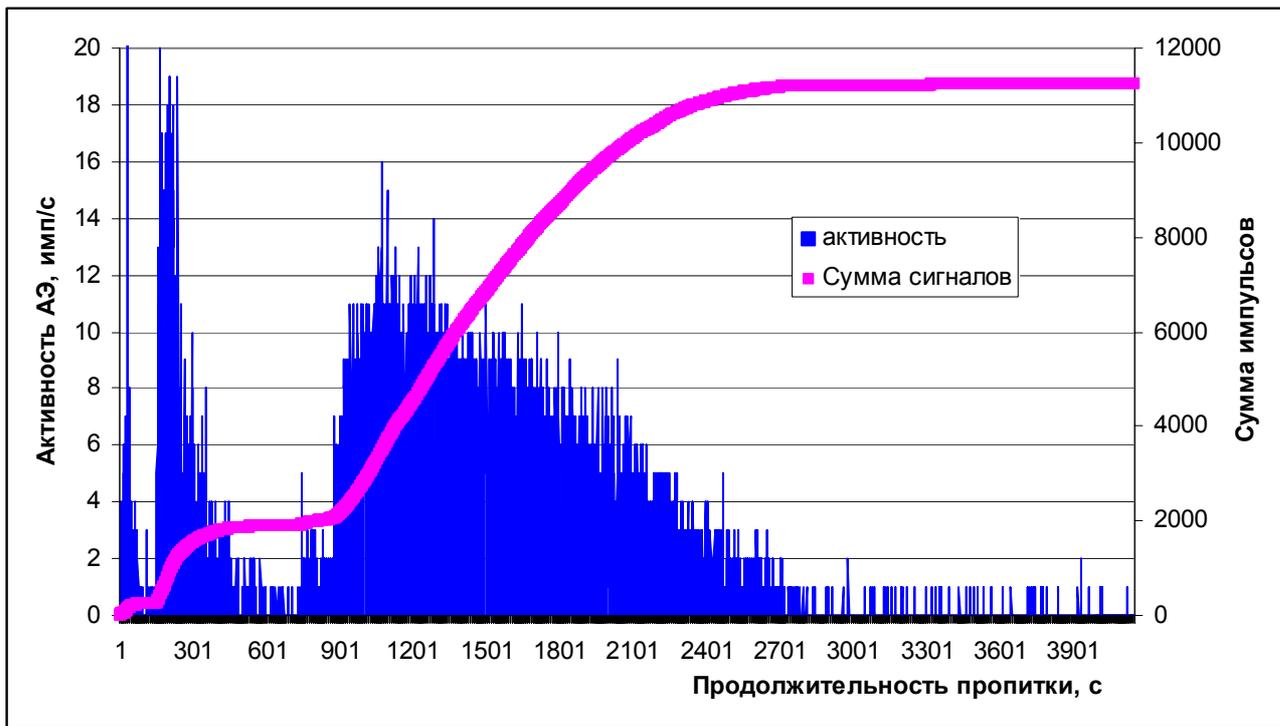


Рис.3. Изменение активности и суммарного счета сигналов АЭ при пропитке керамического образца вязкой жидкостью

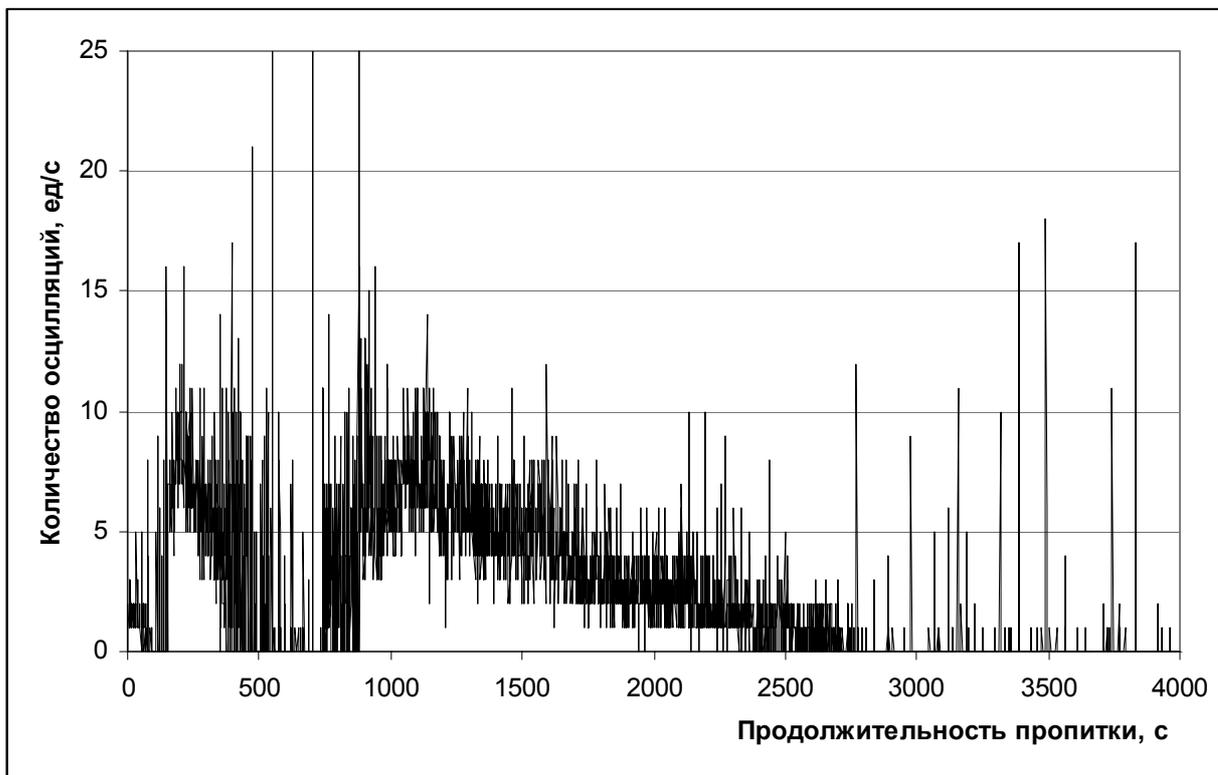


Рис.4. Изменение количества осцилляций АЭ при пропитке керамического образца вязкой жидкостью

При пропитке керамического образца относительно вязкой (кинематическая вязкость при 20 °С -  $15,5 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{сек}$ ) жидкостью достаточно четко выделяются несколько этапов .

Этап 1 (с начала процесса до 400 секунды) – непрерывная АЭ с четко выраженным максимумом активности АЭ в интервале от 180 до 220 с.

Этап 2 (с 400 до 600 секунды) – дискретная АЭ с постепенно снижающейся активностью сигналов АЭ и высоким уровнем амплитуды ( выше 35 дБ).

Этап 3 (с 600 до 740 секунды) почти полное прекращение АЭ. Единичные импульсы характеризуются малой амплитудой и почти нулевым временем нарастания.

Этап 4 (с 740 до 900 секунды) - дискретная АЭ с высоким значением длительности импульсов АЭ.

Этап 5 (с 900 до 2400 секунды) - непрерывная АЭ с постепенно нарастающей активностью сигналов АЭ и максимумом на 1030-1090 секунде), а затем с ниспадающей активностью АЭ.

Этап 6 (с 2400 до 2800 секунды) - дискретная АЭ с постепенно падающей до нуля активностью АЭ и минимальным количеством осцилляций.

Этап 7 (с 2800 до 3600 секунды) – единичные сигналы АЭ с относительно большим количеством осцилляций.

Выявленная сложная динамика акустико-эмиссионной картины предполагает и такую же сложную динамику процесса импрегнирования. Поскольку феноменология этого процесса находится вне рамок данной работы, остановимся только на общих, очевидных стадиях. Безусловно, этап 1 обусловлен вытеснением газа из приповерхностных слоев импрегнируемого материала, схлопыванием и образованием газовых пузырьков и, как следствие, индуцированием волн напряжения в жидкости (см.Рис.5). Высокая активность АЭ в этот период связана с достаточно массовым образованием газовых пузырьков, что легко наблюдается и визуально.

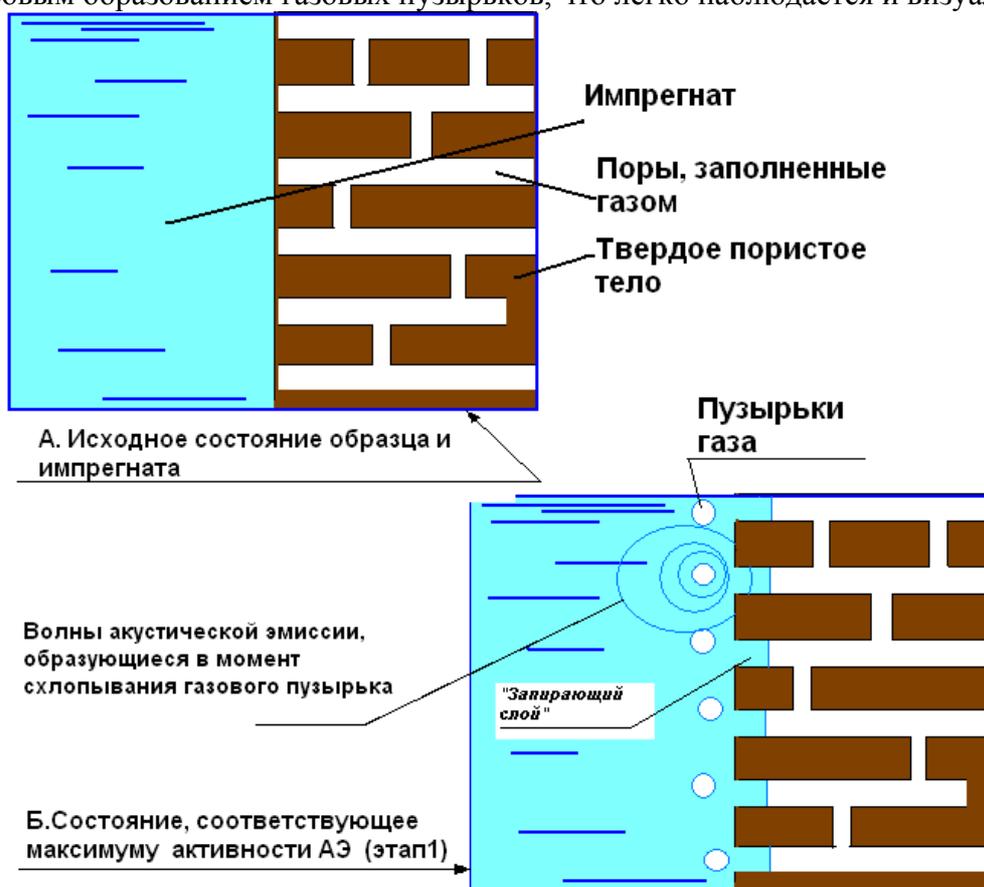


Рис.5. Образование запирающего слоя в приповерхностном слое пористого материала на этапе 1

Почти полное прекращение генерации акустических сигналов на 3 этапе связано с образованием запирающего слоя в приповерхностном слое импрегнируемого материала. Вытесняемый архимедовой силой газ должен пройти через узкий канал пор, уже заполненных вязкой жидкостью - «запирающий слой». На это требуется время. Именно поэтому этап 3 для маловязких жидкостей мал (для воды – несколько секунд, см. рис. 6), но, тем не менее, он также имеет место. Проведенные опыты показали, что наличие этапа 3 характерно для любых жидкостей. После того как вытесняемый из мелких пор газ преодолит гидравлическое сопротивление жидкости, заполнившей поры, процесс импрегнирования существенно ускоряется. В этой связи следует высказать предположение, что даже в случае использования высоковязких жидкостей и микропористых материалов эффект импрегнирования все равно будет присутствовать. Различие будет наблюдаться лишь в продолжительности этапа 3, именно этот этап будет лимитирующим при пропитке.

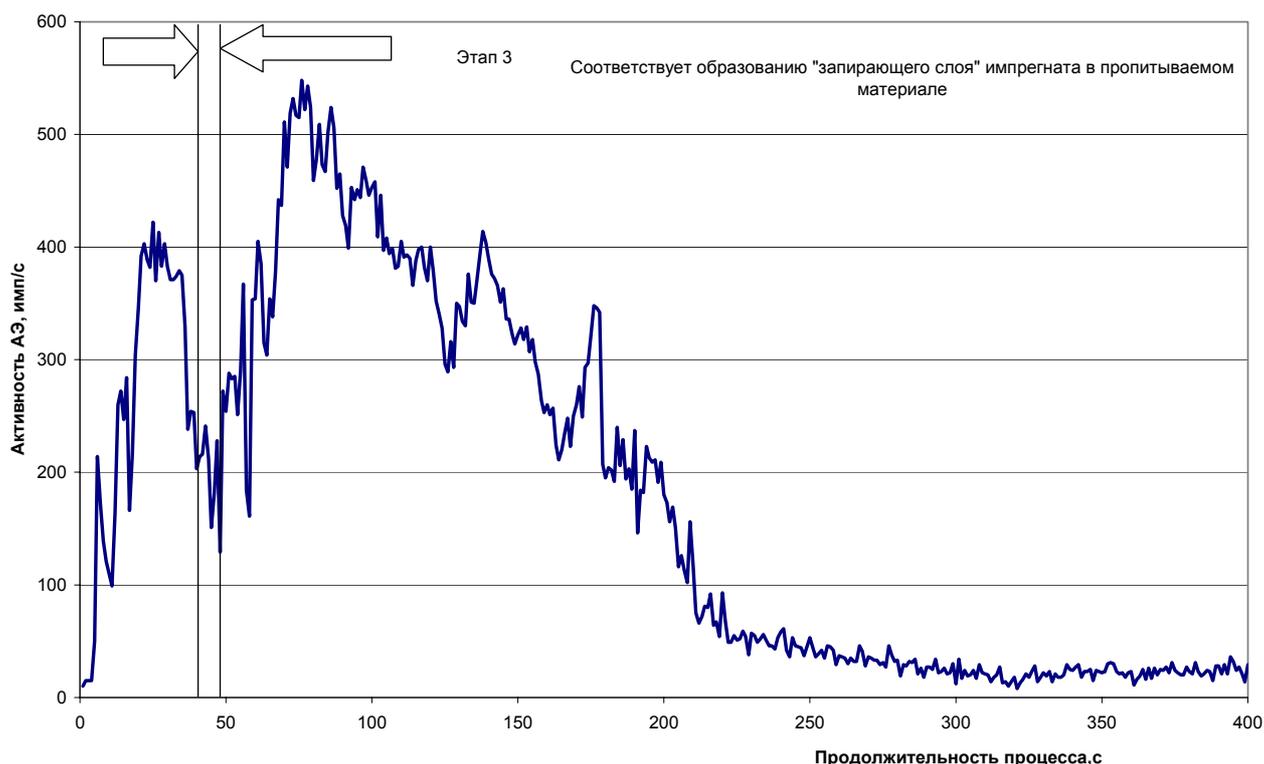


Рис.6. Изменение активности АЭ при пропитке керамического образца водой

Этап 5 также как и первый этап может быть объяснен вытеснением газа из приповерхностных слоев импрегнируемого материала, схлопыванием и образованием газовых пузырьков и индуцированием волн напряжения в жидкости. Но в отличие от первого этапа количество каналов открытой пористости уже значительно меньше и их количество по мере вытеснения газа жидкостью непрерывно уменьшается, что объясняет и меньшую активность АЭ и выраженную картину постепенного снижения активности АЭ.

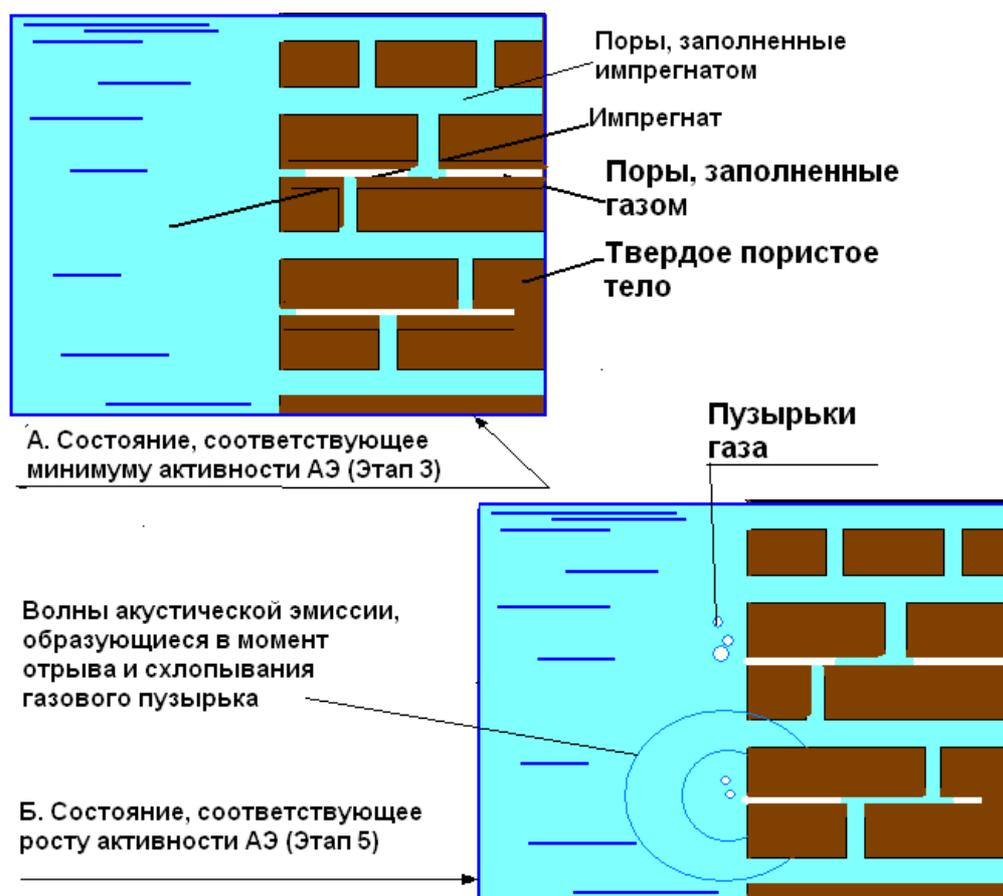


Рис.7. Прорыв запирающего слоя импрегната газом и испускание сигналов акустической эмиссии на 5 этапе

Шестой этап можно характеризовать как завершающий в процессе импрегнирования. Тот факт, что вместо непрерывной АЭ наблюдается дискретная АЭ, свидетельствует уже не о множественности процесса образования газовых пузырьков, а о их единичном характере. По завершении шестого этапа суммарный счет сигналов АЭ становится неизменным, что можно использовать как параметр, характеризующий завершение процесса. В случае проведения дополнительных исследований по выявлению корреляционной связи «глубина пропитки- суммарный счет сигналов АЭ» появляется возможность дистанционного мониторинга процесса импрегнирования.

Приведенные выше данные показывают эффективность использования метода АЭ для анализа процессов импрегнирования. Полученная картина динамики сигналов АЭ определяется размерами и пористостью пропитываемого материала, вязкостью жидкости, а также углом смачивания. В любом случае образование газовой фазы в жидкости приводит к индуцированию сигналов АЭ. Исчезновения явления АЭ при пропитке свидетельствует о прекращении образования газовой фазы, что, в свою очередь означает завершение пропитки. Таким образом, метод акустической эмиссии может быть с успехом применен для неразрушающего контроля полноты и завершенности процесса. В настоящее время контроль глубины и качества пропитки зачастую является сложной задачей, в ряде случаев приходится применять разрушающие методы контроля.

В рассмотренном процессе импрегнирования газовые пузырьки образуются за счет архимедовой силы, но такие процессы могут иметь место и в других случаях. Например, повышение температуры снижает растворимость газа в жидкости. И это также приводит к выделению газовой фазы. На рис 8 и 9 приведены акустико-эмиссионные данные (активность АЭ и

длительность сигнала), полученные при изучении нагревания разбавленного раствора угольной кислоты. Известно, что при нагревании раствора угольной кислоты последняя полностью распадается с выделением газообразного  $\text{CO}_2$  и воды. Этот процесс достаточно легко идентифицируется по сигналам акустической эмиссии.

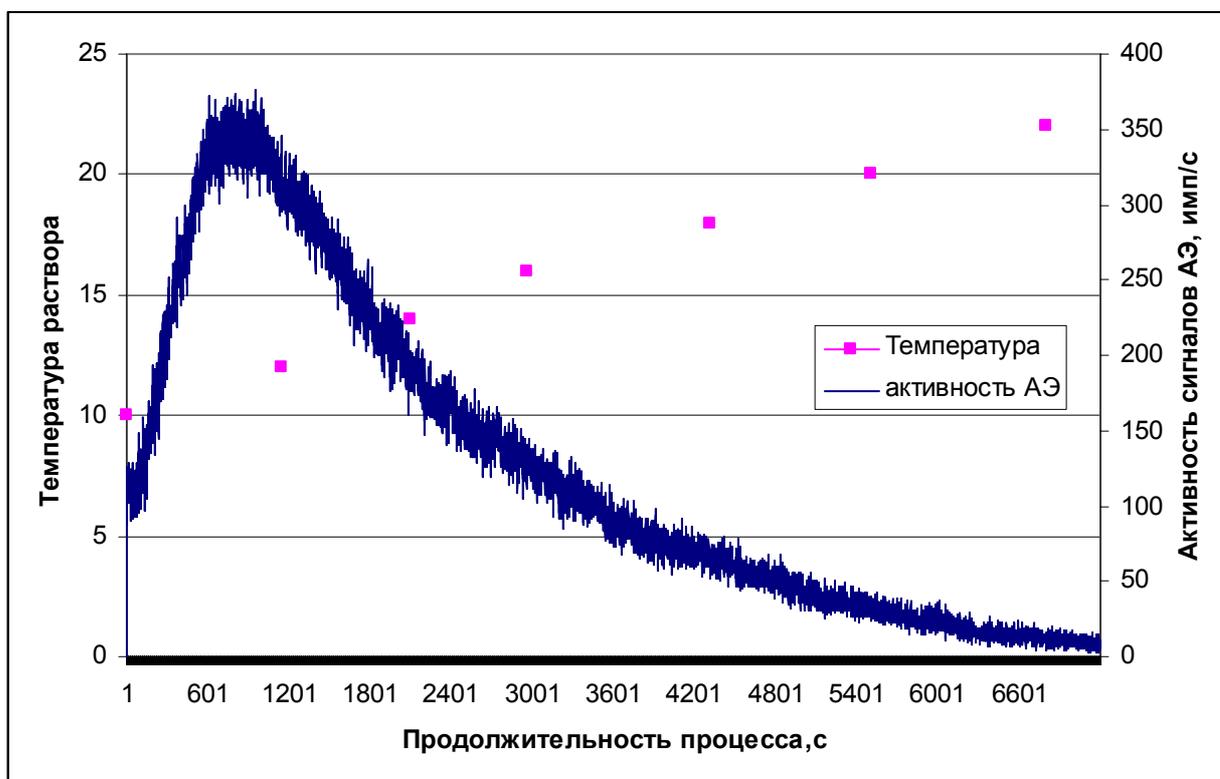


Рис.8. Изменение активности сигналов АЭ при нагревании раствора угольной кислоты

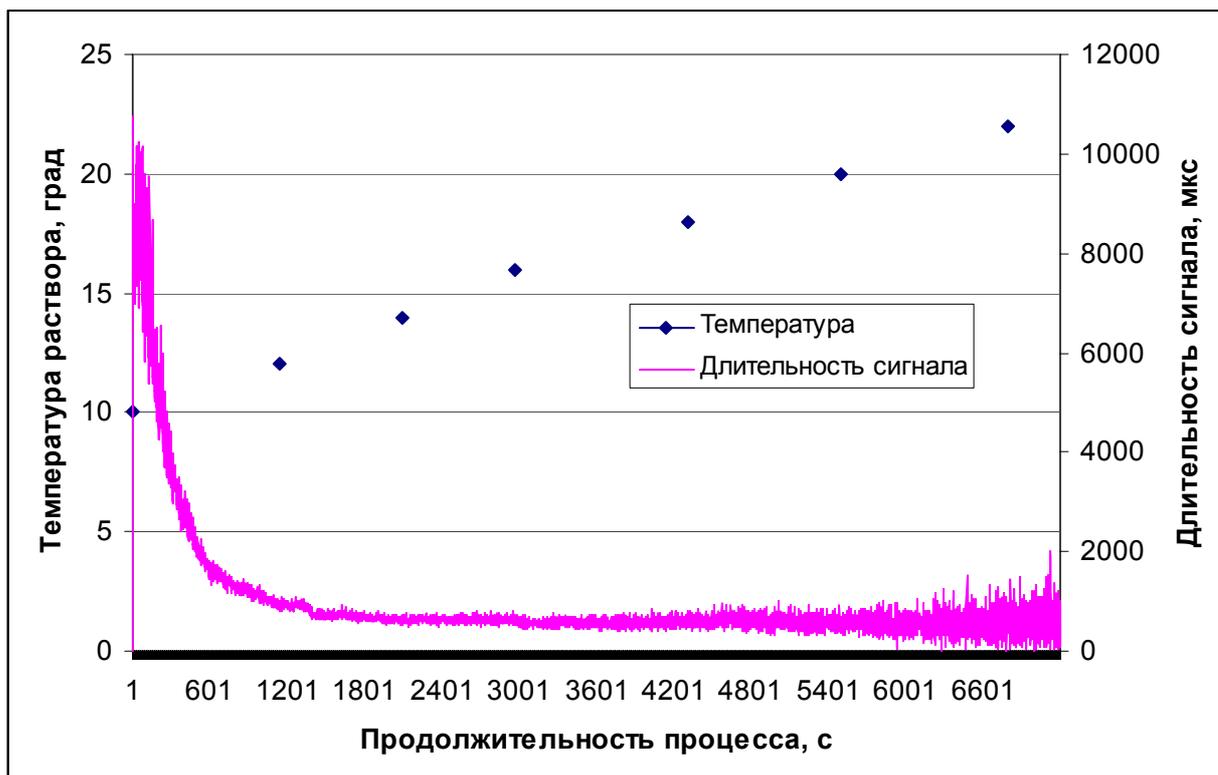


Рис.9. Изменение длительности сигналов АЭ при нагревании раствора угольной кислоты

В описанном выше случае, а также в случаях выделения растворенных газов из жидкости образование акустических сигналов обусловлено не только разрушением газовых пузырьков на поверхности жидкости. Источником акустических колебаний в жидкости является любое колеблющееся тело, выведенное из устойчивого состояния какой-либо внешней силой. Движение пузырьков газа к поверхности вовлекает в колебательный процесс частицы жидкости, которые смещаются около своего положения равновесия, переходя в состояние периодического уплотнения и разряжения. Этот процесс в силу упругости среды распространяется последовательно на смежные частицы в виде волны. Ввиду малого размера таких пузырьков и наличию жесткой физической связи между длиной волны и размера источника колебаний движение таких пузырьков также приводит к генерации ультразвуковых волн, регистрируемых используемым пьезодатчиком.

### Заключение

Проведенные эксперименты показали высокую информативность метода АЭ применительно к процессам дегазации жидкости. Выделение растворенных газов в жидкости или химический распад системы с образованием газовой фазы приводит к индуцированию акустических сигналов, прежде всего в ультразвуковом диапазоне частот.

На примере изучения процесса импрегнирования показана возможность использования метода акустической эмиссии для изучения процессов, проходящих в жидкой среде с выделением газовой фазы. В процессе импрегнирования происходит вытеснение газа из твердого пропитываемого пористого материала импрегнатом. Выделяемый газ проходит различные стадии образования газового пузырька, что вызывает волны напряжения в локальном объеме импрегната. При пропитке массивных образцов в силу множественности данного явления образующиеся акустические сигналы имеют достаточную энергию, превышающую порог восприятия акустического тракта ультразвуковых пьезодатчиков, что позволяет надежно контролировать процесс. Показано, что при пропитке идентифицируются несколько различных

акустико-эмиссионных картин, что свидетельствует о сложности и многостадийности процесса импрегнирования.

Полученные данные позволяют спрогнозировать сферу применения метода АЭ не только для изучения процесса импрегнирования, но для разработки надежного и неразрушающего метода контроля глубины и полноты пропитки.

## Литература

1. Трипалин А.С., Буйло С.И. Акустическая эмиссия. Ростов-на-Дону, Изд-во РГУ, 1986, -160 с.
2. Смирнов А.Н. Генерация акустических колебаний в химических реакциях и физико-химических процессах //Росс.хим.ж., 2001,т. 45 С.29-34
3. Акустико-эмиссионная диагностика конструкций/ А.Н.Серьезнов, Л.Н.Степанова, В.В. Муравьев и др./ Под ред.Л.Н.Степановой.-М.:Радио и связь, 2000.-280 с..
4. T.Chelladuari, A.S.Sankarranarayanan, A.R.Acharya, and R.Krishnamurthy. Acoustic Emission Response Of 18% Ni Maraging Steel Weldment with Inserted Cracks of Varying Depth to Thickness Ratio. Materials Evaluations. 1995, №6, pp.742-746
5. Иванов В.И., Белов В.М. Акустико-эмиссионный контроль сварки и сварных соединений. - М.: Машиностроение. 1981. - 184 с.
6. Дробот Ю.Б., Грешников В.А., Бачегов В.Н. Акустическое контактное течеискание. М.: Машиностроение. 1989, - 120 с.
7. .Борьба с шумом на производстве. Справочник под ред.Юдина Е.А.- М.:Машиностроение, 1985, 400с.
8. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении/ Н.А.Семашко, В.И.Шпорт, Б.Н.Марьин и др. Под общей ред.Н.А.Семашко.- М.:Машиностроение, 2002. 240 с.