

ИДЕНТИФИКАЦИЯ НЕНЬЮТОНОВСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СИСТЕМ

И.В. Елюхина, Г.П. Вяткин

Выделены особенности колебаний, позволяющие идентифицировать реологический тип и свойства гетерогенных структур в опытах с жидкими металлами. Выполнена интерпретация результатов и даны рекомендации по обработке данных.

Метод крутильных колебаний [1] является основным для измерения вязкости высокотемпературных жидкостей и обладает широкими возможностями для выявления ньютоновского поведения [2]. Анализ опытных данных по жидким металлам позволил обнаружить, некоторые закономерности в наблюдаемых в эксперименте параметрах, связанные с изменением декремента затухания δ и периода τ колебаний в зависимости от номера колебания N . Причиной этих факторов, не принимаемых во внимание при традиционной интерпретации, как раз и может служить нелинейный характер течения в тигле [2]. Фундаментальная задача об идентификации реологической принадлежности расплава и его свойств не может считаться решенной без реализации всего алгоритма параметрической идентификации [2], в т.ч. построения ковариационных матриц оцениваемых параметров по таковым для измеряемых величин, выполнения комплекса экспериментов согласно выбранным в терминах теории чувствительности оптимальным условиям и пр.

Имеющиеся данные получены в экспериментах, оптимизированных под определенную цель – надежную оценку кинематической вязкости ν ньютоновской среды. Поэтому построить строгое решение в их рамках не представляется возможным, т.к. могут быть найдены только точечные оценки без интервальных (недостаточно характеристик для статистической обработки или приводимые средние значения параметров в каждом из опытов, в их серии не являются подходящими в этом аспекте, опыты с хорошей наблюдаемостью неньютоновских эффектов (значительное изменение δ и τ от N) считались промахом и т.д.). К тому же, апробация на опыте «не преследует цели дать лишнее доказательство правильности теории метода, как это должно быть совершенно ясно» [1] для нелинейных сред из [2]. Приведенные ниже результаты интересны именно в том отношении, что обращают внимание на возможные варианты обработки данных и более полное использования поступающей из эксперимента информации. Это позволяет в рамках иного, чем ньютоновский, реологического типа расплава как исключить ряд противоречий в термодинамических зависимостях вязкости, так и установить особенности в строении чистых металлов или возникающих в процессе эксперимента гетерогенных систем, структурных превращений в них.

Модели и методы анализа. Для расчета вязкости ньютоновской жидкости по параметрам колебаний использовано вискозиметрическое уравнение Швидковского Е.Г. [1] вида

$$L' + L'' p/q = 2K(p - p_0); \quad (1)$$

$$L = L_1 + L_2, \quad L_1 = -2\nu M \beta \frac{J_2(\beta)}{J_1(\beta)}, \quad L_2 = 4 \frac{M}{H} \frac{k^2}{\nu} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\text{th}(\theta_n H/2)}{\mu_n^2 \theta_n^3},$$

где $\beta = R\sqrt{k/\nu}$, $M = \rho\pi R^2 H$, $\theta_n^2 = \mu_n^2 - k/\nu$; $k = p + iq$, $p = \delta/\tau$, $p_0 = \delta_0/\tau_0$, $q = 2\pi/\tau$, $q_0 = 2\pi/\tau_0$; $i = \sqrt{-1}$; J_1 - функции Бесселя первого рода 1-го порядка; M - масса среды в тигле высотой H и радиусом R ; L_1 и L_2 - функции трения на боковой и одной торцевой поверхности; p - коэффициент затухания и q - циклическая частота колебаний; δ_0 , τ_0 - δ , τ при $M = 0$; μ_n - корни уравнения $J_1(\mu_n R) = 0$. Введем также безразмерные комплексы, описывающими основные условия опыта: $A = MR^2/2K$ и $\xi_0 = R/d$, где A - отношение моментов инерции среды в тигле и пустой подвесной системы K ; $d = \sqrt{\nu/q_0}$ - естественный масштаб длины, толщина погранслоя.

Выделим наиболее важные моменты в чувствительности вязкости ньютоновской среды к наблюдаемым в эксперименте параметрам [1], в характере поведения параметров колебаний в процессе затухания для неньютоновских сред и особенностях параметрической идентификации таких систем, основах аналитического метода определения нелинейных свойств и пр. [2].

Для ньютоновской среды безразмерный период $\lambda = \tau / \tau_0$ уменьшается с ростом ξ_0 в основном при $\xi_0 \in (2; 12)$, а поведение δ зависит от ξ_0 : при $\xi_0 > \xi_{0\delta}$ с ростом ξ_0 δ падает, а при $\xi_0 < \xi_{0\delta}$ - растет [1]. Для длинного тигля $\xi_{0\delta} \sim 4,3$, а с уменьшением H этот пик $\delta = \delta(\xi_0)$ смещается в сторону больших ξ_0 . Тогда в районе максимума чувствительность ν к δ , а, следовательно, и ошибка в ν от ошибок измерения δ , очень высока, также как и к ошибкам в τ при ξ_0 , близких к нулю и высоким ξ_0 . При снижении A зависимости δ и λ от ξ_0 становятся более пологими, т.е. чувствительности, как и ошибки, вносимые одной и той же точностью измерения, растут. Слева от $\xi_{0\delta}$ - сильновязкое приближение, при $\xi_0 > 10$ - слабвязкое, а интервал между ними отвечает промежуточной вязкости. С усилением упругих свойств число экстремумов на зависимостях τ и δ от ξ_0 растет, что определяется отношением длин вязкой и упругой волн.

Поведение реостабильных сред можно описать в терминах эффективных (усредненных, например, по периоду) значений $\xi_{0эф}$, а для вязкоупругих сред аналогично вводится понятие эффективного времени релаксации и т.д. [2]. В частности, для нелинейно вязких сред эффективное значение $\xi_{0нв} = \xi_0 / \sqrt{\bar{b} \bar{D}^{m-1}}$, где \bar{D} - усредненная по внутренней поверхности тигля скорость сдвига D , \bar{b} и m - постоянная и показатель степенного реологического закона, и $\xi_{0нв\delta} \sim 4,3$.

С ростом номера колебания N амплитудное значение \bar{D} падает, поэтому для дилатантных сред ($m > 1$) $\xi_{0нв}$ растет, а для псевдопластичных ($m < 1$) падает, и соответственно изменяются λ и δ . Так, при $m > 1$ если $\xi_{0нв}$ при $N = 1$ находится в слабвязкой области, то λ и δ уменьшаются, а если сильновязкому - $\delta = \delta(N)$ проходит через максимум. Для вязкопластичных сред (предел текучести $\sigma_0 \neq 0$) при некотором \bar{D} и ниже твердое ядро, где сдвиговые напряжения не превышают σ_0 , заполняет весь тигль в любой момент времени и $\delta \sim \delta_0$, $\lambda_{ТВ} \sim (1 + A)^{1/2}$. Для металлических образцов в вискозиметре в зависимости от величины и характера действия межчастичных сил характерен любой из этих типов, в т.ч. и с эффектами памяти. В каждом конкретном случае причины одного и того же реологического поведения могут быть различны.

Свойства нелинейных жидкостей определим из условия минимума функции качества, являющейся критерием соответствия экспериментальных и расчетных данных:

$$f = \sqrt{\sum (v_j - v_{эфj})^2}, \tag{2}$$

где j - номер точки измерения (например, N); $v_{эф}$ - эффективная вязкость (например, для нелинейно вязкой среды $v_{эфj} = \bar{b} \bar{D}_j^{m-1}$ ($\bar{b} = \bar{v} \bar{b}$), для бингамовской среды $v_{эфj} = \bar{v} c (1 + \bar{\sigma} / \bar{D}_j)$) ($\sigma_0 = \bar{v} c \bar{\sigma}$); v - вязкость, определенная по (1); $\bar{v} = \sum v_j / L$, L - число измерений;

$$\bar{D}_j = \frac{s_j}{RH + 0,5R^2} \left(\int_0^R D_1(r, -H) r dr + R \int_{-H}^0 D_2(R, z) dz \right)_j, \tag{3}$$

где D_1 и D_2 - модуль $z\varphi$ -й и $r\varphi$ -й компонент тензора скоростей деформации в цилиндрической системе координат ($r, \varphi, z: r = 0$ - на оси, $r = R$ - на боковой стенке, $z = -H$ - на нижнем и $z = 0$ - на верхнем торцах); s_j - коэффициент усреднения по τ ; первый и второй интегралы в (3)

$$I_1 = |\text{Re}(i_1)|, i_1 = -\sum_n a_n \theta_n \text{th}(\theta_n H) \left[\frac{\pi R}{2 \mu_n R} (J_1(\mu_n R) \mathbf{H}_0(\mu_n R) - J_0(\mu_n R) \mathbf{H}_1(\mu_n R)) \right];$$

$$I_2 = |\text{Re}(i_2)|, i_2 = -(RH i \beta q \alpha_j J_2(\beta) / J_1(\beta) + R \sum_n a_n J_2(\mu_n R) \mu_n \text{th}(\theta_n H) / \theta_n), \tag{4}$$

$$a_n = 2 i q \alpha_j (\mu_n^2 / \theta_n^2 - 1) / (\mu_n J_0(\mu_n R)), \theta_n^2 = \mu_n^2 - k/v; J_l(z) = \pi^{-1} \int_0^\pi \cos(z \sin \theta - l \theta) d\theta,$$

$$E_l(z) = \pi^{-1} \int_0^{\pi} \sin(l\theta - z \sin \theta) d\theta, \quad H_0(z) = -E_0(z), \quad H_1(z) = 2/\pi - E_1(z) \quad ([142] \text{ в } [2]);$$

E_l, H_l - функции Вебера и Струве l -го порядка (l - целое положительное число или нуль); α_j - начальное угловое смещение тигля для каждого j ($\alpha_{N=1} = \alpha_0 \sim 0,1$).

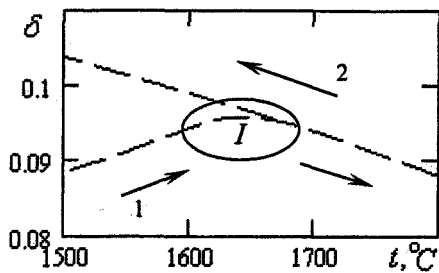


Рис. 1. Температурная зависимость δ

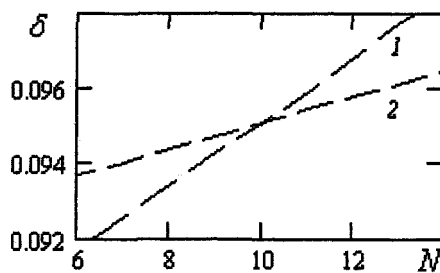


Рис. 2. Зависимость $\delta = \delta(N)$: 1, 2 - номера точек

Далее размерные величины даны в системе СГС (температура t в $^{\circ}\text{C}$), данные сглажены, выводы выполнены при качественной воспроизводимости особенностей в различных экспериментах. Моделированием установлено отсутствие влияния на результаты по α_j переходных процессов при условиях и алгоритме опыта, когда движение инициировалось в вынужденном режиме.

Результаты и обсуждение. Несмотря на достаточно широкий разброс данных по декременту, общие тенденции в его изменении в процессе затухания колебаний проявлялись достаточно отчетливо. Свойство неизосинхронности наиболее существенно после расплавления материала и угасает по мере роста t . В этой связи интерес представляют эксперименты, когда образец длительное время находится при одной и той же t , а его свойства (а вероятно и реологический тип) изменяются, что проявляется в наблюдаемых в опыте параметрах колебаний. Здесь следует учитывать и факторы, упоминаемые еще Швидковским Е.Г. [1], например, возникновение пленок на поверхности, что изменяет расчетную зависимость от формулы для одного торца до таковой для двух, влияние плоских движений и пр. вопросы теории и техники эксперимента. Эффекты возникли и в процессе опыта, особенно если на температурных зависимостях вязкости имелись аномалии.

В ряде случаев зависимость $\delta = \delta(N)$ носила колебательный характер, что говорит о наличии упругих свойств. Такое характерно для линейных вязкоупругих систем в переходных процессах (здесь не проявляющихся) или при наличии дополнительно пластичных свойств. В пользу последнего говорит и то обстоятельство, что $\xi_{0\text{эф}}$ с ростом N изменяется, а наличие минимумов $\delta = \delta(N)$ обеспечивается таковыми на зависимости $\delta = \delta(\xi_{0\text{эф}})$ для вязкоупругих сред. Для линейной среды τ и δ в регулярном режиме постоянны, а свойства оцениваются из уравнения: для вязкой среды - по [1] (например, (1)), а вязкоупругой - в терминах комплексной вязкости [2]. Метод затухающих колебаний малоэффективен для измерения линейных вязкоупругих свойств [2], поэтому для уточнения упругого характера расплава комплекс экспериментов должен включать измерения в вынужденном режиме по зависимости Клеймана Р.Н. ([221] в [2]). Заметим, что для линейных сред τ и δ не зависят от α_0 , а АФХ - от амплитуды вынуждающей силы.

Отмеченную систему поведения можно пояснить следующим образом. Разогретый металл демонстрирует вязко(псевдо)пластичное поведение (например, [98] в [2]), в общем случае с наличием упругой составляющей в уравнении состояния. В процессе плавления металла псевдопластичный характер остается, в т.ч. из-за присутствия в гетерогенной области кристаллов твердой фазы, но его свойства принимают значения по порядку более близкие к жидкому состоянию. По мере роста t происходит перестройка структуры в таковую, отвечающую ньютоновской среде (упругие и пластические составляющие теперь выражены хуже), определяющую роль начинают играть иные механизмы. Превращения в процессе опыта, наличие в гомогенной среде нерастворимых и растворимых примесей и пр. приводят реологический тип, например, к дилатантному.

Пример 1. Условия эксперимента: $\delta_0 \sim 0,006$, $\tau_0 \sim 3,09$; $\tau \sim 3,18$, $R \sim 0,68$; $\chi = H/R \sim 3,4$; $A \sim 0,12$. В опытном образце в районе точки ветвления (область I на рис. 1) зависимости $\delta = \delta(N)$ несколько колеблются около среднего значения, возрастающего с ростом N . Довери-

тельные интервалы для значений δ для верхней и нижней кривых пересекаются только вблизи точки ветвления. Будем исходить из монотонного характера $\delta = \delta(N)$ (рис. 2); рассмотрим точки, отвечающие ветви 2: 1 - $t = 1670$ и 2 - 1725. При отдалении от области I колебания приближаются к изосинхронным. Для точки 2, проходимой в опыте перед точкой 1 и отвечающей более высокой t , зависимость $\delta = \delta(N)$ более пологая (что качественно характерно и для случая равных свойств одного типа среды), а усредненные по всем N значения $\bar{\delta}$ и $\bar{\nu}$ ниже (слабовязкая область: $\xi_{0эф} \sim 10$, для первой точки $\xi_{0эф}$ ниже; $\bar{\nu} \sim 0,009$). Значения параметров колебаний для нелинейных сред зависят от α_0 и при измерении α_j при различных α_0 получаются различные $\bar{\delta}$ (для точек 1 и 2 разница $\Delta\alpha_0 < 1\%$). Для $t \sim 1675$ ветви 1 ситуация с $\delta = \delta(N)$ близка к таковой для точки 1, а при их совмещении с учетом α_0 ($\Delta\alpha_0 < 5\%$) данные можно считать совпадающими. Целевая функция (2) имеет криволинейный овраг на плоскости (m, b) и ввиду слабого изменения δ от N широкий диапазон значений f на оси оврага близок к минимальному, что осложняет процедуру корректной оценки. Для лучшей наблюдаемости свойств следует перейти к более низким ξ_0 (целесообразно в сильновязкую область), χ или высоким A , а оптимальные условия выбираются в рамках матрицы Якоби [2]. Псевдопластичные свойства выражены сильнее вблизи ветвления кривых $\delta = \delta(t)$: $m \sim 0,74$ ($b \sim 0,86$) для точки 1 и $m \sim 0,88$ ($b \sim 0,93$) для точки 2 (при $\alpha_0 \sim 0,1$), что говорит о структурных превращениях в этом диапазоне t . На рис. 3 отмечены кривые течения в диапазоне \tilde{D} , проходимом в эксперименте. Для каждого опыта он может быть разный (в т.ч. разное число периодов L) и это еще один из путей получения иного $\bar{\delta}$.

Пример 2. В экспериментах с железом после расплавления наблюдалось ярко выраженное псевдо(вязко)пластичное поведение (рис. 4), пропадающее с ростом t ($\bar{\nu} \sim 0,199$, опытные условия близки к примеру 1). Оценивание свойств по (2)-(4) дает $m \sim 0,65$ и $b \sim 0,43$, а если использовать бингамовскую модель, то $\bar{\sigma} \sim 0,05$ и $c \sim 0,65$ (минимумы функций f имеют одинаковый порядок). При этом на оси оврага на плоскости $(c, \bar{\sigma})$ возникают локальные минимумы, выраженные слабее, что может быть обусловлено ошибками и низкой наблюдаемостью при этих условиях пластических эффектов. Таковой наблюдается в случае, когда пластическая вязкость в области, где существует течение, имеет такой же порядок ($\sim 5 \cdot 10^{-3}$), как и ньютоновская при более высокой температуре, что свидетельствует о $\sigma_0 \neq 0$, стремящемся к нулю с ростом t . Условия, возникающие в тигле [2], позволяют обнаружить малые σ_0 , не проявляющиеся в иных методиках. Наличие σ_0 изменяет τ и δ , но для корректного решения прямой задачи реометрии ввиду обратной величины чувствительности требуется проведение специальной оптимизации и следует, например, увеличить продолжительность измерений в каждом опыте, т.е. L .

Нелинейное поведение возникало и при уменьшении t , например, в экспериментах с жидким алюминием (рис. 4 для $t = 630$; $A \sim 0,056$, $\xi_{0эф}$ при работе в слабовязкой области ~ 14 и в сильновязкой - $\sim 2,2$), что может быть обусловлено в т.ч. проникновением окислов в расплав и возникновением гетерогенной системы. Данные, как и для Fe, отвечают промежутку между солидусом и ликвидусом, но нелинейность носит дилатантный характер. На подобное поведение могут влиять схемы фазовых переходов, начинающихся при больших R . Расчеты выполнены для приведенного для всех температур τ , в то время как ниже ликвидуса период резко возрастает, как и чувствительность к ошибкам в нем. В обоих случаях условия отвечают сильновязкой области, что определяет выбор одного из двух решений по (1). Об этом свидетельствуют в т.ч. более низкие значения $\bar{\delta}$, чем в соседнем измерении и их тренд в процессе опыта. Модель с $m > 1$ обнаруживалась в ряде расплавов и выше ликвидуса, а с ростом t показатель $m \rightarrow 1$.

Пример 3. Пусть эксперименты начинаются при близких α_0 с расплавами одинакового реологического типа и свойствами (близкие содержание примесей, структура и пр.). Покажем, что неучет даже незначительного изменения δ при изменении N (обусловленное слабо нелинейным типом, например с $m = 0,85$) может приводить к ошибкам и следовательно противоречиям в данных по вязкости при использовании различных установок в предположении ньютоновского характера течения. Это особенно характерно для низких температур из исследуемого интервала.

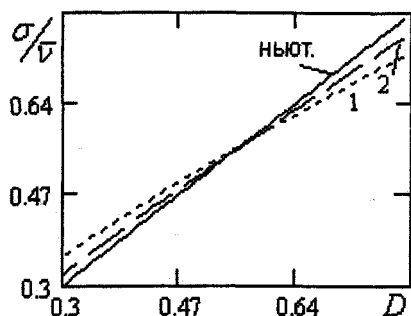


Рис. 3. Зависимость напряжения σ от скорости сдвига D

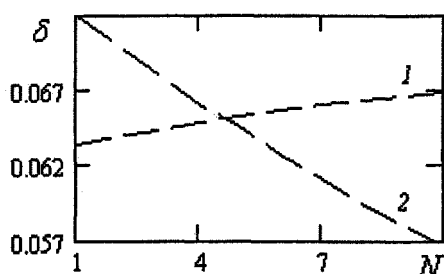


Рис. 4. Зависимость $\delta = \delta(N)$: 1 – для Al, 2 – для Fe

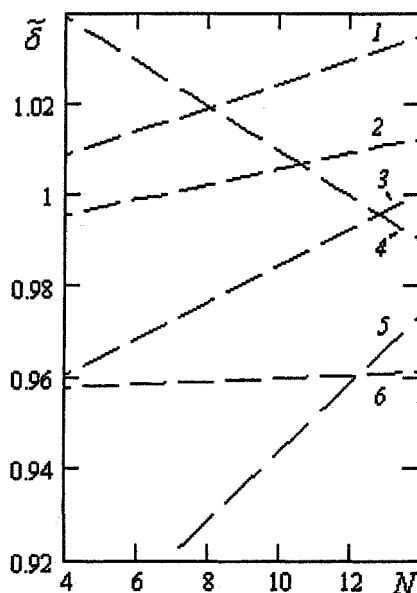


Рис. 5. Зависимости $\tilde{\delta} = \kappa\delta(N)$: 1... 6 – номера точек; 1 – $\kappa = 30$, 2 – 45, 3 – 15, 4 – 34, 5 – 7, 6 – 150

Для наглядности примем приближение длинного цилиндра (при $\delta_0 \sim 0$) в терминах безразмерных параметров (D , b и пр.) [2], моделирование закона колебаний [2] выполним для $\alpha_0 \sim 0,11$ (с учетом переходных процессов). Значение $b = 0,7$ принято исходя из $bD^{m-1} - 1 \rightarrow \min$ в диапазоне рабочих \tilde{D} ; $\xi_{0\phi} = \xi_0\phi$, где ξ_0 фиксировано. По традиционной методике оценим ϕ - величину, которая для ньютоновской жидкости при различных опытных условиях была бы константой, $A = 0,1$, $\xi_0 = 10$ (1); 0,2, 10 (2); 0,01, 10 (3); 0,1, 20 (4); 0,05, 15 (5); 0,075, 2 (6). Получаем: $\phi \sim 1,08$ (1); 1,07 (2); 1,31 (3); 1,18 (4); 1,79 (5); 0,96 (6), т.е. результаты, например, по (1) и (5), часто встречаемых в опытах, отличаются в среднем на 50%. Ошибки в иных параметрах к тому же будут давать еще более значительные отклонения. Заметим, что относительное изменение вязкости в 2 раза выше, чем изменение ξ_0 . Высокие ошибки в параметрах установки и колебаний и различная чувствительность вязкости к ним при различных A и ξ_0 , конечно, также могут изменять оценку $\tilde{\nu}$ и для ньютоновской среды. Но корректный учет в рамках [1] позволит выделить их из ошибок, описанных здесь, что может служить критерием нелинейного поведения.

Заключение. Итак, продемонстрированы возможности экспериментальной идентификации реологического типа расплавов в общем случае как нелинейно вязких жидкостей, что в свою очередь позволяет получить новую информацию о физико-химической природе этих труднодоступных для экспериментального изучения сред, а также выполнить рекомендации для производственных целей. Подобный подход, как указывалось в [1], «открывает возможность связать кинетику процесса затвердевания сплава с его вязкостными свойствами» и будет полезен при изучении влияния и механизма удаления из исследуемых систем примесей, структурных особенностей в сплавах, проверки согласованности данных и пр.

В работе использованы экспериментальные данные, полученные в лаборатории исследования физических свойств расплавов УГТУ-УПИ. Неоценимую помощь в ее проведении оказали Вьюхин В.В., Тягунов Г.В., Барышев Е.Е., за что авторы им весьма признательны.

Литература

1. Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости расплавленных металлов. - М.: ГИТТЛ, 1955.-206 с.
2. Елюхина И.В. Исследование неньютоновских свойств высокотемпературных жидкостей. - Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2006. - 140 с.

Поступила 1 ноября 2006 г.