Измерения скорости звука в жидком железе

А. Г. Каптильный, А. М. Кондратьев, А. Е. Плетнев и А. Д. Рахель

Объединенный институт высоких температур РАН, Ижорская ул., 13, стр.2, Москва

125412, Россия

E-mail: rakhel@oivtran.ru

Статья поступила в редакцию 23 ноября 2018 г.

Аннотация. Для определения положения на фазовой диаграмме флюида железа линий равновесия фазовых переходов первого рода мы развиваем экспериментальную методику по прямому измерению скорости звука в этом флюиде. Методика измерений заключается в том, что образец в форме отрезка фольги помещается между двумя пластинами кварцевого стекла (или сапфира) и нагревается импульсом электрического тока. Такой нагрев представляет собой квазистатический процесс, при котором объем, энтальпия и давление в образце монотонно возрастают. Чтобы измерить скорость звука для определенного состояния образца, на его поверхности с помощью импульса лазера возбуждается акустическое возмущение. Приход этого возмущения на противоположную поверхность регистрируется с помощью лазерного интерферометра. В настоящей работе представлены предварительные результаты измерений скорости звука в жидком железе. Эти результаты сравниваются с литературными данными, и на основании этого дается оценка погрешности измерений. https://doi.org/10.33849/2018108

1. ВВЕДЕНИЕ

Имеются основания ожидать, что фазовая диаграмма флюида железа отличается от таковой для диэлектрических флюидов: в этом случае, по-видимому, имеются две критические точки и дополнительная тройная точка [1]. Однако для надежного обнаружения фазового перехода жидкость-пар и перехода металл-неметалл первого рода необходима прямая регистрация этих переходов в отдельном эксперименте. Как известно, при переходе из жидкого состояния в двухфазное состояние (жидкость с мелкодисперсными пузырьками пара), скорость звука скачком уменьшается [2]. Такой скачок может составлять несколько порядков по абсолютной величине, если давление заметно ниже критического. Это свойство двухфазного состояния будет использоваться для определения положения на фазовой диаграмме железа линий равновесия отмеченных выше фазовых переходов.

Для решения этой задачи импульсная экспериментальная методика [3, 4] будет дополнена измерениями скорости звука. Мы развиваем методику измерения скорости звука для образца в виде отрезка фольги, который помещается в слойку между двумя пластинами оконного материала и однородно нагревается импульсом электрического тока. В качестве оконного материала использовались пластины кварцевого стекла или сапфира. Пластина сапфира при этом представляла собой монокристалл с осью с, направленной по нормали к поверхности пластины. Для монокристалла сапфира, у которого деформация происходит только вдоль кристаллографической оси с, упругие и оптические свойства хорошо известны. Экспериментальная методика [4] позволяет измерять для такого образца его объем, давление, удельную энтальпию и удельное сопротивление во время квазистатического процесса, при котором объем, энтальпия и давление в образце монотонно растут. Для измерения скорости звука на тыльной поверхности образца с помощью импульса лазера возбуждается акустическое возмущение. Приход этого возмущения на фронтальную поверхность регистрируется с помощью лазерного интерферометра [4]. Скорость звука определяется как отношение измеренной толщины образца к измеренному времени прохождения по нему акустического возмущения.

2. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Образец железа (отрезок фольги) помещался между двумя пластинами оконного материала и однородно нагревался импульсом электрического тока согласно методике [1, 4]. В эксперименте измерялись ток через образец, падение напряжения на длине образца и смещение его поверхности, вызванное тепловым расширением. Падение напряжения измерялось с помощью резистивного делителя напряжения, ток через образец — с помощью трансформатора тока Pearson Electronics 5046, а тепловое расширение — с помощью лазерного интерферометра на длине волны 1550 нм. Этот набор измеряемых величин позволяет для каждого эксперимента получить временные зависимости объема образца, давления в образце, его внутренней энергии, энтальпии и удельного сопротивления [4]. Для измерения скорости звука, на фронтальную поверхность образца с определенной задержкой по отношению к импульсу электрического тока, по нормали к поверхности, падал импульс излучения лазера. Использовался твердотельный Nd:YAG лазер с длиной волны $\lambda = 532$ нм, длительностью импульса 5 нс (ширина на полувысоте) и энергией в импульсе 18 мДж. Излучение лазера фокусировалось на поверхность образца, а интенсивность излучения регулировалась набором нейтральных фильтров.

Для того чтобы определить оптимальные параметры таких экспериментов и отладить процедуру измерений, нами были проведены вначале измерения скорости звука при нормальных условиях. При этом регистрация акустического возмущения, которое генерировалось лазерным импульсом на поверхности образца, производилась не только с помощью интерферометра, но и с помощью пьезоэлемента. Сравнение результатов этих измерений между собой позволило более точно оценить погрешность.

Запуск осциллографа, а также регистрация формы импульса излучения лазера осуществлялись фотоприемником (рисунок 1). Этим же осциллографом записывался и акустический импульс, регистрируемый пьезо-



Рисунок 1. Оптическая схема для измерения скорости звука при нормальных условиях. 1 — лазер, 2 — светоделительная пластина, 3 — диэлектрическое зеркало на 532 нм, 4 металлическое зеркало, 5, 12 — набор нейтральных фильтров, 6 — фокусирующая линза, 7 — пластина оконного материала, 8 — исследуемый образец, 9 — пьезоэлемент, 10 металлический корпус пьезоприемника, 11 — цифровой осциллограф, 13 — фотодиод запуска.

приемником. В качестве пьезоэлемента использовался диск из ниобата лития (LiNbO₃) толщиной 2 мм и диаметром 22 мм, работающий в режиме короткого замыкания; время распространения акустической волны по толщине пьезоэлемента было гораздо больше, чем время стекания заряда, индуцированного на поверхности пьезоэлемента. Оценка показывает, что время стекания заряда составляет порядка 0.1 нс, что на три порядка меньше, чем время прохождения акустической волны по кристаллу ниобата лития.

Для точного учета задержек фотоприемник и пьезодатчик соединялись с осциллографом калиброванными по временным задержкам высокочастотными кабелями одинаковой длины. Кроме того, проводилось определение временных задержек при прохождении лазерного импульса по оптической измерительной схеме. Для этого, перед началом каждого эксперимента на место образца устанавливался фотоприемник, идентичный тому, который запускал осциллограф. Разница сигналов по времени для двух фотоприемников, которые фиксировали приход оптического излучения на их поверхность, давала задержку в оптической схеме. На рисунке 2 представлена осциллограмма, полученная в эксперименте с железом. Образец (отрезок фольги железа) был закреплен на открытой поверхности пьезоэлемента — «притерт на дистиллированную воду», которая являлась в данном случае иммерсионной средой.

Представленная на рисунке осциллограмма демонстрирует, что разница временных сигналов, определенная по передним фронтам импульсов, равна 9.6 нс. Величина временной задержки в измерительной схеме составляла 4.3 нс. В результате, для скорости звука получаем значение 5.7 км/с, которое хорошо согласуется со справочным значением для продольной скорости звука в железе — 5.85 км/с [5]. Результаты измерений скорости звука в свинце, алюминии, железе и ртути, выполненные при нормальных условиях с помощью пьезодатчика и интерферометра, представлены в таблице 1.



Рисунок 2. Осциллограмма эксперимента с железом по измерению скорости звука при нормальных условиях. Синяя линия — сигнал фотоприемника, зеленая — сигнал с пьезодатчика.

Таблица 1. Результаты измерений скорости звука в свинце, алюминии, железе и ртути, выполненные при нормальных условиях с помощью пьезодатчика (Пьез.) и интерферометра (Инт.) сравниваются со справочными значениями [5].

Мате-	Толщина	Скорость	Метод	Справочник
риал	(мкм)	звука (км/с)	измерений	(км/с)
Al	2000	6.58 ± 0.02	Пьез.	6.26
Pb	66	2.1 ± 0.1	Пьез.	2.16
Pb Hg	$\frac{38}{200}$	2.13 ± 0.15 1.44 ± 0.02	Инт. Пьез.	$\begin{array}{c} 2.16 \\ 1.46 \end{array}$
Fe Fe	$\frac{76}{30}$	$5.9 \pm 0.1 \\ 5.7 \pm 0.5$	Инт. Пьез.	$5.85 \\ 5.85$

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ЖИДКОГО ЖЕЛЕЗА

Нами были проведены три успешных эксперимента по измерению скорости звука в жидком железе. Образец железа имел исходную толщину около 25 мкм, помещался между двумя пластинами кварцевого стекла толщиной около 5 мм и нагревался импульсом электрического тока амплитудой 25 кА и временем нарастания 1 мкс.

Для демонстрации точности измерений тока и напряжения на образце в этих экспериментах, на рисунке 3 мы показываем измеренные нами зависимости удельного сопротивления, отнесенного к исходным размерам образца, от величины рассеянного в нём тепла. Следует отметить, что эта величина в нашем случае (для образца, который испытывает одномерное тепловое расширение) равна отношению удельного сопротивления к приведенному объему [3, 4]; последняя величина представляет собой отношение удельного объема к его значению при нормальных условиях. Полученные зависимости сравниваются с литературными данными. Как следует из рисунка, наши результаты находятся в пределах разброса литературных данных [6, 7]. На рисунке 4 показан процесс импульсного нагрева, который был реализован в этих экспериментах на плоскости давление-



Рисунок 3. Удельное сопротивление, приведенное к начальным размерам образца, как функция рассеянного в нём тепла. Измеренные нами зависимости для трех экспериментов с железом (линии) сравниваются с литературными данными [6, 7].



Рисунок 4. Процесс нагрева образца железа на плоскости давление-приведенный объем для трех экспериментов этой работы ($V_0 = 0.127 \text{ см}^3 \text{ г}^{-1}$ – удельный объем железа при нормальных условиях). Показан отрезок изобары, для которой проведены измерения [6].

приведенный объем. Как видно из рисунка, этот процесс достаточно близко проходит от изобары, для которой были проведены измерения [6].

На рисунке 5 представлены временные зависимости сигнала интерферометра и тепла рассеянного в образце импульсом лазера, который генерировал акустическое возмущение на фронтальной поверхности образца (луч лазера интерферометра падал на тыльную поверхность). На рисунке отмечен момент прихода на фронтальную поверхность образца лазерного импульса t_1 и момент t_2 , когда на тыльную поверхность выходит акустическое возмущение. Момент t₂ определяется по резкому изменению сигнала интерферометра, который для невозмущенного образца имеет вид синусоиды. Заметим, что толщина образца к этому моменту увеличилась на 19% по отношению к её исходному значению. Методика измерения плотности с помощью интерферометра подробно описана в работах [3, 4]. Погрешность измерения плотности в данных экспериментах составляет не более $\pm 3\%$.



Рисунок 5. Временные зависимости энергии лазерного импульса, поглощенной образцом (красная линия), и сигнала интерферометра (черная линия). Стрелки показывают момент начала нагрева образца лазером и момент выхода акустического возмущения на противоположную поверхность образца.



Рисунок 6. Скорость звука в жидком железе. Наши результаты (красные шестиугольники) сравниваются с литературными данными [6, 8, 9].

На рисунке 6 представлены измеренные нами значения скорости звука в жидком железе. Эти значения сравниваются с литературными данными. Мы оцениваем свою погрешность измерений скорости звука не хуже ± 10%. Настоящие результаты являются предварительными, т.к. было проведено только три динамических эксперимента, чего недостаточно для надежной оценки погрешности этих измерений. Укажем на основные источники этой погрешности. Частота дискретизации использовавшегося нами осциллографа составляла 2.5 ГГц, что дает минимальный интервал между точками выборки 0.4 нс. Погрешность в определении задержек в линиях передачи сигналов составляет около 0.2 нс. Это приводит к тому, что приход акустического возмущения на тыльную поверхность образца определяется с погрешностью около 5%. К этой погрешности следует добавить погрешность в определении толщины образца, которая составляет 3% (как и плотности). Заметим, что погрешность измерения скорости звука, декларируемая авторами работы [6] составляет ± 5%. Как следует из

рисунка 6, наши значения скорости звука согласуются с литературными данными [6, 8, 9].

В заключение отметим, что методика измерения скорости звука [6] имеет ограничение снизу на величину скорости звука. Это ограничение связано с тем, что акустическое возмущение, которое генерировалось лазерным импульсом на поверхности образца (отрезка проволоки), распространялось не только по образцу, но и по аргону, в котором находится образец. Ввиду того, что аргон был под давлением 2 кбар, скорость звука в нем составляла около 0.4 км/с. Когда скорость звука в образце железа понижалась, акустическое возмущение, которое распространялось по аргону, не позволяло достаточно точно фиксировать момент прихода возмущения по образцу на его тыльную поверхность. Этот момент определялся по теневой развертке образца. Наша методика, очевидно, лишена этого ограничения и позволяет проводить измерения в широком диапазоне плотности.

4. ВЫВОДЫ

Разработана экспериментальная методика по измерению скорости звука в импульсных экспериментах при высоких давлениях и температурах. Тестирование этой методики на образцах железа показало, что погрешность таких измерений скорости звука составляет ±10%.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Korobenko V N and Rakhel A D 2012 Phys. Rev. B 85 014208
- 2. Ландау Л Д и Лифшиц Е М 1986 Теоретическая физика Т. VI. Гидродинамика (Москва: Наука)
- Kondratyev A M, Korobenko V N and Rakhel A D 2016 J. Phys.: Condens. Matter. 28 265501
- Кондратьев А М, Коробенко В Н и Рахель А Д 2018 ЖЭТФ 154 1168-1182
- 5. Кикоин И К (ред.) 1976 Таблицы физических величин. Справочник (Москва: Атомиздат)
- Hixson R S, Winkler M A and Hodgdon M L 1990 Phys. Rev. B 42 6485–6491
- Korobenko V N, Agranat M B, Ashitkov S I and Savvatimskiy A I 2002 Int. J. Thermophys. 23 307-318
- 8. Kurz W and Lux B 1969 High Temp. High Press. 1 387-399
- Struleva E V, Ashitkov S I, Komarov P S, Khishchenko K V and Agranat M B 2016 J. Phys.: Conf. Ser. 774 012098