УДК 620.179.17-715.6 DOI 10.12737/6648

Экспериментальное изучение температурной зависимости капиллярного движения жидкости в пористых средах с помощью метода акустической эмиссии*

Д. М. Кузнецов, В. Л. Гапонов, С. И. Буйло

Впервые исследована возможность применения метода акустической эмиссии (АЭ) для изучения процессов, протекающих в микропористой среде при капиллярном заполнении пор жидкостью. В частности, проведено изучение температурного вклада в динамику пропитки пористых материалов. Проведенные экспериментальные исследования показали, что наиболее информативными параметрами АЭ, отражающими динамику капиллярного поднятия жидкости, являются сумма сигналов и сумма осцилляций. Форма кривой зависимости суммы сигналов от суммы выбросов АЭ совпадает с формой кривой динамики изменения высоты подъема жидкости по капиллярам керамического образца, построенной по экспериментальным данным. В начале капиллярного поднятия активность АЭ существенно выше при более высокой температуре. По мере увеличения высоты капиллярного поднятия жидкости интенсивность процесса снижается. Полученные экспериментальные данные свидетельствуют, что параметры АЭ отражают динамику и кинетику процесса импрегнирования при каком-либо изменении условий пропитки и могут быть использованы для дистанционного технологического контроля.

Ключевые слова: *акустическая эмиссия, поднятие жидкости по капилляру, динамика капиллярного заполнения, температура, высота столба жидкости.*

Введение. Зависимость динамики поднятия жидкости по капилляру от различных параметров теоретически и экспериментально изучалась многими авторами [1–3]. В задачах капиллярной гидродинамики важно правильно оценить скорость заполнения капилляров, в том числе время движения жидкости до остановки и скорость старта жидкости в начале заполнения. Подобные проблемы встречаются в различных отраслях промышленности и, в частности, в химических технологиях. Так, в работе [3] численным методом решалась задача заполнения цилиндрического капилляра проводящей жидкостью, в результате чего было установлено время и стартовая скорость заполнения капилляра. Численно можно решить полученное нелинейное уравнение капиллярного движения жидкости, используя современные вычислительные методы на базе компьютерных технологий. Однако в этом случае сложно анализировать зависимость полученного решения от параметров задачи. Наиболее варьируемым технологическим параметром в различных отраслях химической технологии была и остается температура процесса. Целью настоящей работы являлось изучение температурного вклада в динамику пропитки пористых материалов.

Современное состояние вопроса. Основой для проведения расчетов динамики капиллярного заполнения пористых сред является известная зависимость Жюрена, определяющая высоту поднятия жидкости в капиллярах. Чем меньше радиус капилляра R, тем на большую высоту h поднимается в ней жидкость (рис. 1). Высота поднятия столба жидкости растет также с увеличением коэффициента поверхностного натяжения жидкости:

$$h=2\sigma/Rg\rho,$$

где h — высота поднятия столба жидкости, м; σ — коэффициент поверхностного натяжения жидкости, Дж/м^2; g — ускорение свободного падения, м/с^2; ρ — плотность жидкости, кг/м^3; R — радиус капилляра, м.

Чем больше радиус капилляра, тем меньше высота подъема жидкости. При повышении температуры увеличивается радиус капилляра, что, в свою очередь, сказывается на скорости подъема жидкости $h=f(t)$, причем на начальной стадии скорость продвижения жидкости по капилляру выше для

* Работа была выполнена в рамках инициативной НИР.

случая большего радиуса. Поскольку предполагается, что для одних и тех же капилляров сохраняется соотношение $R=f(T)$, то качественно вышеприведенный график не изменится.

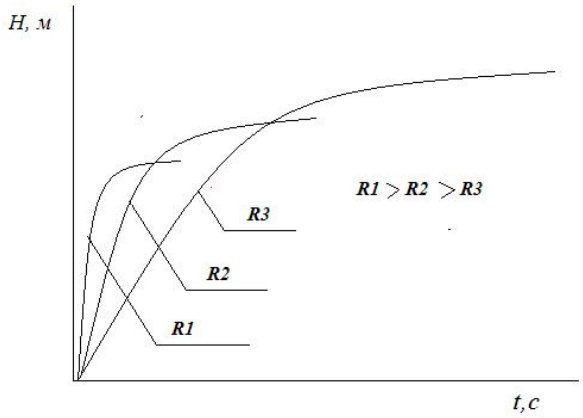

Рис. 1. Изменение высоты (H) капиллярного поднятия жидкости от времени (t) при использовании капилляров различного радиуса

С другой стороны, в известных выражениях, связывающих высоту и скорость подъема жидкости по капилляру с радиусом капилляра, фигурирует величина поверхностного натяжения. И с ростом температуры эта величина также будет меняться. Более того, можно высказать предположение, что именно изменение величины поверхностного натяжения окажется доминантным в выражениях, связывающих динамику поднятия жидкости по капилляру с температурой. Единственной силой, поднимающей жидкость вверх по капилляру против силы тяжести, является сила адгезии между жидкостью и стенками капилляра, и эта сила распределена вблизи поверхности капилляра.

Незначительное изменение температуры (на 5–10°С) практически не сказывается на диаметре капилляра (коэффициент линейного расширения большинства тел находится в диапазоне $1\times10^{-2\ldots-6}$/град), т.е. изменение температуры на 10°С скажется лишь на уровне в $1\times10^{-1\ldots-5}$ от измеряемой величины (высота и скорость подъема жидкости по капилляру). В то же время известно, что сила адгезии между жидкостью и стенками капилляра от температуры может существенно поменяться, поскольку от температуры зависят как вязкость жидкости и величина поверхностного натяжения жидкости, так и лиофильность (лиофобность) материала капилляра, определяющие краевой угол смачивания.

Сложность учета в формуле Жюрена температурных зависимостей величины поверхностного натяжения жидкости, изменения краевого угла смачивания, плотности жидкости практически исключают аналитическое вычисление динамики капиллярного заполнения пористых сред при изменении температуры. Именно поэтому, в силу компликативности факторов, определяющих температурную зависимость высоты и скорость подъема жидкости по капилляру, все теоретические изыскания ограничиваются изучением геометрии капилляра. Изучено влияние формы капилляра (цилиндрические и щелевые), влияние отклонения радиуса мениска от формы идеального круга [3], но значительно менее подробно теоретически изучено влияние реологии жидкости и поверхностно-активного взаимодействия системы «жидкость — твердое тело» на высоту и скорость подъема жидкости по капилляру. Этому вопросу в основном посвящены не теоретические, а экспериментальные исследования.

Экспериментально изучать капиллярное заполнение пористых материалов можно различными способами. В настоящей работе впервые был использован метод акустической эмиссии. Основанием использования именно этого метода для диагностики скорости капиллярного заполнения послужил известный эффект «прыжков Хейнса» [4, 5]. При объемном капиллярном течении в гофрированном

капилляре мениск вынужден периодически растягиваться и сжиматься соответственно в расширениях и сужениях капилляра. При этом мениск принимает форму, далекую от равновесной. Такие места мениск проходит очень быстро. Это явление получило название «прыжки Хейнса». Они обусловлены флуктуацией давления в жидкости при пропитке и дренаже и сопровождаются соответствующей диссипацией энергии. Если существование эффекта «прыжков Хейнса» было замечено достаточно давно, то характеристики спектра шума в жидкой среде были получены сравнительно недавно [6, 7].

Физическая картина явления такова: внедрение в пористый объект жидкости порождает растущий перколяционный кластер, расширение которого происходит нерегулярными скачками, связанными с заполнением карманов пор с большим радиусом (по сравнению с радиусом узкого горлышка, соединяющего карман с кластером). Это порождает регистрируемый в ультразвуковом диапазоне «шум», который является одним из проявлений метода акустической эмиссии.

Ввиду того, что сигналы АЭ отражают динамику продвижения жидкости по капилляру, априорно можно высказать предположение, что высота капиллярного подъема жидкости коррелирует с количеством индуцированных при этом сигналов АЭ.

Установлено, что при прочих равных условиях с увеличением радиуса капилляра несколько увеличивается скорость поднятия жидкости на начальном этапе, но значительно уменьшается максимальная высота (табл. 1).

Таблица 1

Экспериментальные данные по измерению скорости капиллярного поднятия 95% спирта по стеклянным капиллярам различного диаметра

Диаметр капилляра, мм	Время, с	Высота поднятия, м	Скорость поднятия, мм/с
0,31	0,92	0,031	
	2,23	0,041	7,633
	4,21	0,051	5,051
	7,47	0,061	3,067
	13,07	0,071	1,785
	23,23	0,081	0,984
	49,4	0,088	0,382
0,34	1,07	0,03	
	2,13	0,04	9,433
	3,99	0,05	5,376
	7,72	0,06	2,681
	11,41	0,065	2,710
	27,72	0,0711	0,62

Для наглядности эти экспериментальные данные представлены на рис. 2. Как видно из приведенного графика, полученные экспериментальные данные качественно воспроизводят картину динамики капиллярного подъема жидкости: на начальной стадии процесса скорость подъема жидкости в капилляре с большим радиусом более высокая (9,433 мм/с против 7,633 мм/с), однако, итоговая высота подъема меньше (0,0711 м и 0,088 м соответственно).

Методика эксперимента. Керамический образец (в нашем случае алюмооксидный носитель α-Al_2O_3) подвешивался в жидкость таким образом, чтобы кромка образца соприкасались с уровнем жидкости, обеспечивая капиллярную пропитку.

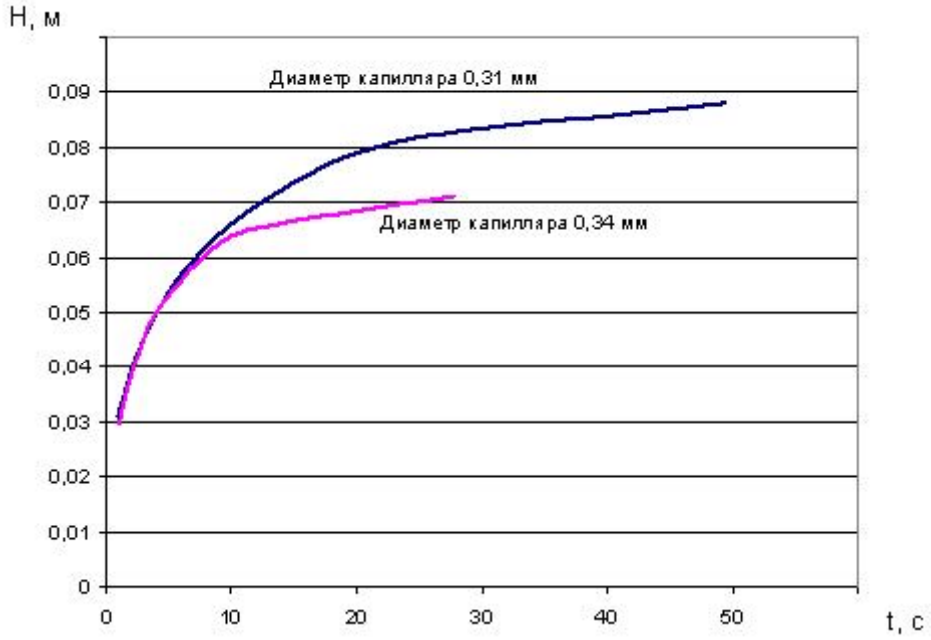

Рис. 2. Экспериментальные данные по измерению скорости капиллярного поднятия 95% спирта по стеклянным капиллярам различного диаметра

В процессе пропитки индуцируемые волны АЭ достигали стенок ёмкости и воспринимались чувствительным пьезодатчиком. Форма ёмкости выбиралась таким образом, чтобы обеспечить усиление регистрируемого сигнала. Материалы ёмкости представлял собой кварц, который характеризуется низким коэффициентом поглощения ультразвука (рис. 3).

Регистрация акустических сигналов осуществлялась с помощью акустико-эмиссионного комплекса *A-Line* 32, который представляет собой многоканальную систему регистрации акустико-эмиссионных событий и позволяет проводить параллельно до 8 экспериментов.

Частотный диапазон используемых пьезодатчиков составлял 100–500 кГц. Выбор именно такого прибора обусловлен тем обстоятельством, что акустико-эмиссионный комплекс *A-Line* 32 предназначен для регистрации сигналов акустической эмиссии (АЭ), вызванной гидродинамическими и (или) аэродинамическими явлениями при протекании жидкости или газа через сквозную несплошность объекта. Методика регистрации сигналов АЭ в жидких средах подробно рассмотрены в целом ряде работ [8–10], там же приводятся данные по метрологическим характеристикам метода, включая такие параметры АЭ, как суммарный счет сигналов АЭ и активность АЭ.

Что касается погрешности измерения параметров АЭ, то выбор измеряемого параметра АЭ определяет метрологические свойства метода в целом. В свою очередь информативный параметр АЭ-контроля определяется целью контроля. При этом необходимо выбирать измеряемую величину, дающую максимум информации, удобную для выделения и обработки, устойчивую по отношению к возмущающим факторам. Наиболее применимыми параметрами можно считать статистические закономерности распределения параметров АЭ во временной области. При этом ранее проведенными работами установлено, что кривая изменения суммарного счета импульсов АЭ при измерении процессов импрегнирования может быть описана уравнением общего вида $N = K(1 - e^{-x/\tau})$. Величина относительной случайной погрешности составляет менее 0,1 %, погрешность измерения максимальной амплитуды АЭ сигнала — ± 0,5 дБ [8]. Следует указать, что в данной работе учитывалась динамика изменения абсолютной и относительной случайной погрешности при измерении активности АЭ и сум-

марного счета АЭ, а также воспроизводимость метода (суммарное количество импульсов АЭ отличается на значение, составляющее до 10% измеряемой величины).

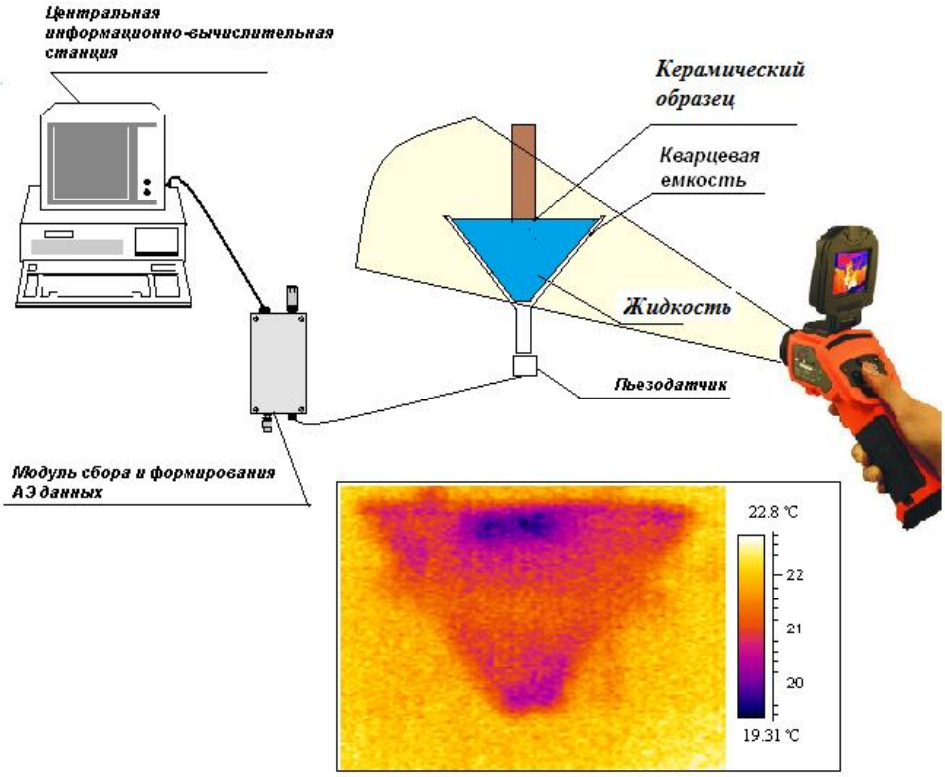

Рис. 3. Схема эксперимента по изучению температурной зависимости капиллярного движения жидкости в пористых средах с использованием методов АЭ и тепловизионного контроля

Образцы перед началом и после окончания пропитки взвешивались, с точностью до 1×10^{-3} г. Температура жидкости и пропитываемого керамического образца измерялась дистанционно с помощью тепловизора *SATHOTFIND* (рис. 3) абсолютная погрешность измерения температуры которым составляет ± 0,1°С.

Обсуждение экспериментальных данных. Проведенные эксперименты показали, что наиболее информативными параметрами АЭ, отражающими динамику капиллярного поднятия, являются сумма сигналов АЭ (*N*) и сумма осцилляций (выбросов) АЭ (*N*$_{\Sigma}$). Форма кривой изменения суммы сигналов АЭ и суммы выбросов АЭ совпадает с формой кривой динамики изменения высоты подъема жидкости по капиллярам керамического образца, построенной по экспериментальным данным (табл. 1). Однако даже незначительное изменение температуры достаточно существенно меняет численные параметры кривой, что, впрочем, не сказывается на характере функции — она все равно остается экспоненциальной. Таким образом, можно констатировать, что параметры АЭ объективно отражают процесс капиллярной пропитки и по мере увеличения высоты капиллярного поднятия жидкости интенсивность процесса снижается.

В то же время скорость снижения интенсивности капиллярного поднятия оказалась высокочувствительной по отношению к температуре процесса. Рост температуры воды с 43 до 62°С привёл к снижению суммарной величины *N* практически в два раза (с 1800 импульсов до 960 импульсов). Причиной этого может являться увеличение диссипации механической энергии акустических колебаний в

окружающую среду и, как следствие, — снижение энергии, амплитуды и длительности полезного сигнала, воспринимаемого пьезодатчиком.

Наиболее существенно это сказалось на параметре «выбросы *N*» (количество осцилляций, превышающих установленной уровень дискриминации в период нахождения огибающей электрического импульса АЭ над порогом ограничения). Если длительность сигналов в среднем снизилась также примерно в два раза (рис. 4), среднее значение амплитуды — на 10%, то количество осцилляций — в шесть раз (с 20×10^3 до 120×10^3).

Представленные данные отчетливо показывают разницу в характере протекающих процессов капиллярного поднятия жидкости при разных температурах, рис. 4.

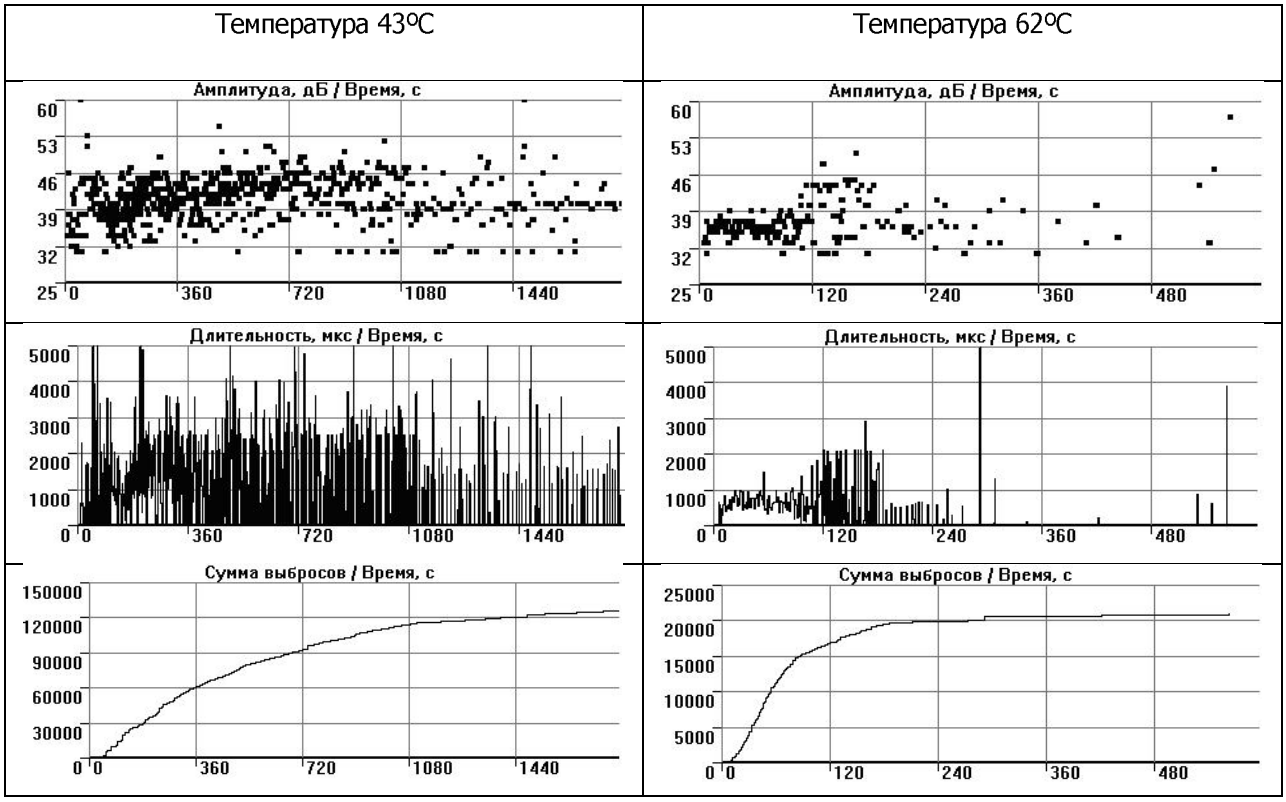

Рис. 4. Изменение ряда параметров АЭ при повышении температуры пропитки керамического образца

В начале капиллярного поднятия активность АЭ (количество сигналов АЭ в единицу времени) повышается при повышении температуры. Следовательно, наклон кривой суммарного количества импульсов АЭ по отношению к оси абсцисс значительно больше. Причина этого в физике процесса — при более высокой температуре смачиваемость жидкостью поверхности выше, следовательно, и адгезия лучше. Процесс капиллярного движения также отражает разницу в величине поверхностного взаимодействия жидкости и твердого тела и сил поверхностного натяжения жидкости. Чем выше эта разница, тем меньше радиус мениска и тем быстрее подъем жидкости по капилляру. И, наоборот, в случае превышения значения силы поверхностного натяжения жидкости над величиной поверхностного взаимодействия жидкости и твердого тела мы наблюдаем отрицательный мениск и снижение уровня жидкости в капилляре (случай не смачиваемого твердого тела). Таким образом, кривая суммарного счета импульсов АЭ показывает, насколько лучше смачивается тело при повышении температуры и насколько быстрее идет процесс капиллярного поднятия. Тот факт, что с ростом температур и затухание сигналов АЭ выше также свидетельствует о многофакторности процесса: увеличение диаметра

капилляра, увеличение диссипации энергии акустических сигналов в окружающую среду — все это приводит к более быстрому насыщению кривой $N=f(\tau)$.

Заключение. Снижение суммарного числа сигналов АЭ при увеличении температуры пропитки полностью вписывается в описание кинетики капиллярного поднятия. Для случая химически инертного материала по отношению к импрегнату (в нашем случае — дистиллированная вода) изменение высоты и скорости капиллярного заполнения пор описывается классическими уравнениями закона Хагена-Пуазёйля и формулой Жюрена. Поскольку капиллярное заполнение пор с переменным сечением неизбежно вызывает акустическую эмиссию (эффект Хейнса), следовательно, параметры АЭ отражают динамику и кинетику процесса импрегнирования при каком-либо изменении условий пропитки. Это, в свою очередь, открывает новые возможности применения метода АЭ, например, изучение объемного температурного коэффициента расширения пористых тел.

Библиографический список

1. Хейфец, Л. И. Многофазные процессы в пористых средах / Л. И. Хейфец, А. В. Неймарк. — Москва : Химия, 1982. — 320 с.

2. Определение начальной скорости движения и продолжительности движения жидкости в капиллярах / В. З. Канчукоев [и др.] // Инженерно-физический журнал. — 2003. — Т.76, № 1. — С. 42-45.

3. Оценка капиллярного натекания / В. И. Волков [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. — 2007. — Т. 50, № 5. — С. 69–72.

4. Фракталы и перколяция в пористой среде / Э. Гийон [и др.] // Успехи физических наук. — 1991. — Т. 161, № 10. — С. 121–128.

5. Янюшкин, В. В. Фрактальный подход при моделировании процессов протекания в капиллярно-пористых средах на примере решения задач обеспечения безопасности жизнедеятельности в чрезвычайных ситуациях и охраны природы [Электронный ресурс] // Инженерный вестник Дона. — 2008. — № 2. — Режим доступа : http://www.ivdon.ru/uploads/article/doc/articles.56.big_image.doc (дата обращения 01.12.13).

6. Кузнецов, Д. М. К вопросу о возможности исследования кинетики химических реакций в жидкой среде с помощью метода акустической эмиссии / Д. М. Кузнецов, В. Л. Гапонов, А. Н. Смирнов // Инженерная физика. — 2008. — №1. — С. 16–21.

7. Kuznetsov, D.M., Smirnov, A.N., Syroeshkin, A.V. Acoustic Emission during Phase Transformations in Water, Ross. Khim. Zh. 2008, no. 1, pp. 114–121.

8. Гапонов, В. Л. Исследование физико-химических процессов в жидкости акустико-эмиссионным методом / В. Л. Гапонов Д. М. Кузнецов; Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону , 2011. — 88 с. ил. — Библиогр. 113 назв. — Рус. — Деп. в ВИНИТИ 24.03.11, №139-В2011.

9. Гапонов, В. Л. Теоретические и экспериментальные исследования процесса импрегнирования гибких пористых материалов в жидкофазной среде / В. Л. Гапонов, Д. М. Кузнецов, В. В. Трепачёв; Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону, 2012. — 55 с. ил. — Библиогр. 17 назв. — Рус. — Деп. в ВИНИТИ 23.3.2012, № 134-В2012.

10. Гапонов, В. Л. Акустическая эмиссия как инструмент изучения кинетики химических реакций в жидкой среде / В. Л. Гапонов, Д. М. Кузнецов; Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону, 2013. — 74 с. ил. — Библиогр. 53 назв. — Рус. — Деп. в ВИНИТИ 27.09.13, №278-В2013.

Материал поступил в редакцию 05.11.2014.

References

1. Kheyfets, L. I., Neymark, A. V. Mnogofaznye protsessy v poristykh sredakh. [Multiphase processes in porous media.] Moscow : Khimiya, 1982, 320 p. (in Russian).

2. Kanchukoyev, V. Z., et al. Opredelenie nachal'noy skorosti dvizheniya i prodolzhitel'nosti dvizheniya zhidkosti v kapillyarakh. [Determination of flow initial velocity and duration in the capillaries.] Inzhenerno-fizicheskiy zhurnal, 2003, vol.76, no. 1, pp. 42–45 (in Russian).

3. Volkov, V. I., et al. Otsenka kapillyarnogo natekaniya. [Evaluation of capillary leakage.] Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Fizika. 2007, vol. 50, no. 5, pp. 69–72 (in Russian).

4. Guyon, E., et al. Fraktaly i perkolyatsiya v poristoy srede. [Fractals and percolation in porous media.] Uspekhi fizicheskikh nauk, 1991, vol. 161, no. 10, pp. 121–128 (in Russian).

5. Yanyushkin, V. V. Fraktal'nyy podkhod pri modelirovanii protsessov protekaniya v kapillyarno-poristykh sredakh na primere resheniya zadach obespecheniya bezopasnosti zhiznedeyatel'nosti v chrezvychaynykh situatsiyakh i okhrany prirody. [Fractal approach to modeling leaking processes in capillary porous media in the context of solving problems of life safety in emergencies and conservation.] Engineering Journal of Don, 2008, no. 2. Available at : http://www.ivdon.ru/uploads/article/doc/articles.56.big_image.doc (accessed: 01.12.13) (in Russian).

6. Kuznetsov, D. M., Gaponov, V. L., Smirnov, A. N. K voprosu o vozmozhnosti issledovaniya kinetiki khimicheskikh reaktsiy v zhidkoy srede s pomoshch'yu metoda akusticheskoy emissii. [To the question on possibility of research kinetics of chemical reactions in the liquid environment by means of the method acoustic issue.] Engineering Physics, 2008, no. 1, pp. 16–21 (in Russian).

7. Kuznetsov, D. M., Smirnov, A. N., Syroeshkin, A. V. Acoustic Emission during Phase Transformations in Water, Ross. Khim. Zh. 2008, no. 1, pp. 114–121.

8. Gaponov, V. L., Kuznetsov, D. M. Issledovanie fiziko-khimicheskikh protsessov v zhidkosti akustiko-emissionnym metodom. [Study of physical and chemical processes in the liquid by acoustic emission method.] Don State Technical University, Rostov-on-Don, 2011, 88 p. Dep. in VINITI 24.03.11, no. 139-B2011 (in Russian).

9. Gaponov, V. L., Kuznetsov, D. M., Trepachev, V. V. Teoreticheskie i eksperimental'nye issledovaniya protsessa impregnirovaniya gibkikh poristykh materialov v zhidkofaznoy srede. [Theoretical and experimental studies on impregnation of flexible porous materials in liquid-phase medium.] Don State Technical University, Rostov-on-Don, 2012, 55 p. Dep. in VINITI 23.3.2012, no. 134-B2012 (in Russian).

10. Gaponov, V. L., Kuznetsov, D. M. Akusticheskaya emissiya kak instrument izucheniya kinetiki khimicheskikh reaktsiy v zhidkoy srede. [Acoustic emission as a tool for studying kinetics of chemical reactions in liquid medium.] Don State Technical University, Rostov-on-Don, 2013, 74 p. Dep. in VINITI 27.09.13, no. 278-B2013 (in Russian).

EXPERIMENTAL STUDY ON TEMPERATURE DEPENDENCE OF CAPILLARY FLOW IN POROUS MEDIA BY ACOUSTIC EMISSION METHOD*

D. M. Kuznetsov, V. L. Gaponov, S. I. Buylo

For the first time, the acoustic emission (AE) method applicability to study the processes ongoing in the microporous medium under capillary pore filling with liquid is investigated. In particular, the temperature contribution to the dynamics of the porous materials impregnation is studied. The experimental results have shown that the most informative AE parameters reflecting the capillary liquid rise dynamics are the signal sum and the oscillation sum. The curve shape of the signal sum dependence on the AE amount follows the curve shape of the dynamic pattern of changing in the liquid elevation through the capillaries of the ceramic sample constructed from the experimental data. At the beginning of the capillary rise, the AE activity is significantly higher at higher temperatures. With increase of the liquid capillary rise, the process intensity decreases. The experimental data indicate that the AE parameters reflect the impregnation dynamics and kinetics under any change in the impregnation conditions, and they can be used for the remote process control.
***Keywords**: acoustic emission, capillary liquid rise, capillary filling dynamics, temperature, liquid column height.*

* The research is done within the frame of the independent R&D.