

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОРИСТЫХ СВС МАТЕРИАЛОВ

П.Ю. Гуляев, А.В. Калачев

Современные высокие технологии в различных отраслях производства широко используют быстропотекающие высокотемпературные процессы обработки дисперсных материалов и распыленных частиц вещества в конденсированной фазе. Оптический контроль температурной динамики процессов становится все более распространенным. Однако применение оптоэлектронных систем для контроля параметров процессов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1] наталкивается на ряд принципиальных сложностей, ставящих под вопрос достоверность восстановления картины процесса.

Основная величина, влияющая на тепловой поток нагретого тела, - излучательная способность  $\epsilon$ , определяемая как отношение плотности потока излучения нечерного тела к плотности потока излучения черного тела при одной и той же температуре в одну и ту же внешнюю среду [2].

Основные проблемы в пирометрии СВС процессов – различие химического состава исходных веществ и конечного продукта, дисперсность среды, т.е. наличие пор как в исходной шихте, так и в конечном продукте, образование промежуточных фаз в ходе реакции, которых нет ни в исходной шихте, ни в конечном продукте.

Отсутствие данных по излучательной способности является наиболее острым вопросом при восстановлении температурной картины процесса.

Для примера рассмотрим систему Ni-Al. Пусть исходная шихта имеет стехиометрический состав (18%Al, 72%Ni). Ее излучательную способность можно оценить как сумму излучательных способностей чистых веществ взятых в том же процентном соотношении:

$$\epsilon_{ш} = 0,18\epsilon_{Al} + 0,72\epsilon_{Ni}.$$

Если учесть то, что существуют и промежутки между частицами Ni и Al, из-за сыпного характера образца. Степень плотности укладки частиц характеризуется насыпной плотностью, или насыпной пористостью. В этом случае:

$$\epsilon_{ш} = (1 - \text{пор}_{нас})(0,18\epsilon_{Al} + 0,72\epsilon_{Ni}) + \text{пор}_{нас}\epsilon_{поры}.$$

Но даже в этом простейшем анализе возникает серьезная проблема, даже если

уйти от проблемы определения насыпной пористости, соотношения площадей, излучательной способности пор и пр. дело в том, что данные по излучательной способности даже химически чистого вещества различаются в разы в зависимости от шероховатости поверхности, степени окисления.

Подобный разброс существует и для продуктов реакции, не говоря уже о том, что для большинства веществ, получающихся в СВС просто нет.

В связи с этим, после проведения синтеза проводят рекалибровку пирометра по готовому образцу, используя в качестве реперных точек на термограмме точки фазовых переходов [1].

Из сказанного выше можно определить основные задачи данного исследования:

- определение излучательной способности пористых СВС материалов;
- исследование зависимости излучательных характеристик СВС материалов от их пористости;
- оценка минимального поля зрения пирометра (по захватываемой площади), при котором влияние пор (флуктуации при рассмотрении различных участков поверхности) не будет сказываться на результате измерений.

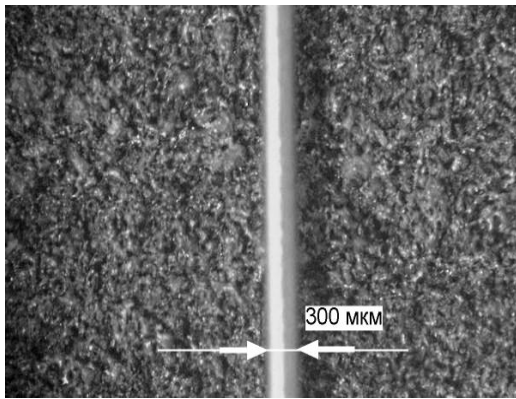
Существенный вклад в общий поток излучения дисперсного материала вносят поры, являющиеся в этом случае миниатюрными черными телами.

Условно пористую поверхность можно разделить на гладкую поверхность (в некотором приближении ее можно принять как плоскую поверхность материала), и зоны пор, полостей. Таким образом, поток излучения попадающий в поле зрения пирометра  $Q$  можно представить как сумму потоков излучения от плоских площадок  $Q_m$  и множества миниатюрных черных тел  $Q_{пi}$ :

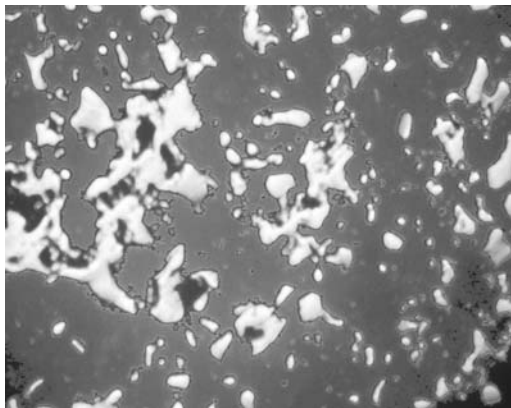
$$Q = Q_m + \sum_i Q_{пi}.$$

Излучения от пор удобно будет представить как модели черного тела некоторой геометрической формы (например - цилиндр, сфера, конус, эллипсоид и т.д.).

Вид поверхности пористого образца представлен на рис.1.



а)



б)

Рис. 1. Вид поверхности образца под микроскопом: а) – общий вид, б) – характер пор (размер участка 30x40 мкм)

Некоторые параметры для описания излучения поверхности пористого материала.

$S_{\text{ПЗр}}$  – площадь поля зрения пирометра;

$R_n$  – видимый радиус поры;

$H_n$  – глубина поры (высота для цилиндрической модели, внутренний диаметр/радиус для сферической).

Данные о  $R_n$ ,  $H_n$  получаем по данным о пористости образца, данным микроскопии поверхности, обработке изображения.

При наличии изображения поля зрения или его снимка можно вычислить площадь поверхности, занимаемой порами ровной поверхности.

$S_m$  – площадь ровной поверхности;

$S_{\Sigma n}$  – общая площадь пор;

$S_n = \pi R_n^2$  – площадь одной поры (для некоторого среднего/эффективного радиуса поры),  $S_{\Sigma n} = \sum S_n$ .

Количество пор:  $N_n = S_{\Sigma n} / S_n = (S_{\text{ПЗр}} - S_m) / S_n$ .

Поток излучения  $Q$  от нагретой площади пропорционален ее площади  $S$ , излучательной способности  $\epsilon$ , таким образом:

$$Q_m \sim \epsilon_m S_m$$

Суммарный поток излучения пор:

$$Q_{\Sigma n} \sim \sum_i^N \epsilon_n S_n = \sum_i^N \epsilon_n (R_n, H_n, \epsilon_n) \pi R_n^2.$$

### СХЕМА УСТАНОВКИ

На рис. 2 представлена схема экспериментальной установки для исследования излучательной способности пористых СВС материалов.

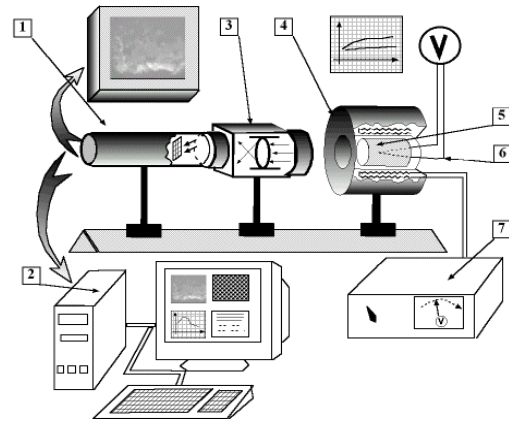


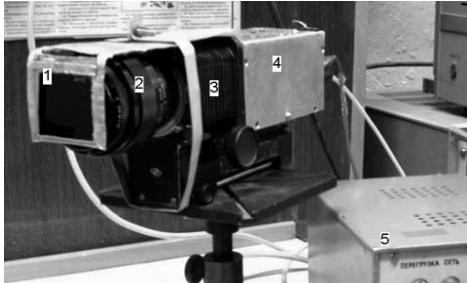
Рис.2. Схема экспериментальной установки: 1 - пирометр на основе многоэлементного фотоприемника с устройством отображения информации (на основе ПЗС видеокамеры или МДП-фотоматрицы) или на основе фото диода; 2 - компьютерная система управления и обработки данных; 3 - оптическая система (микроскоп, объектив); 4 - печь для нагревания образцов; 5 - исследуемый образец; 6 - калиброванная термопара; 7 - регулируемый источник питания

Исследуемый образец 5 помещается в печь 4, нагревается до определенной температуры (600 – 1150 °С) (температура образца контролируется с помощью термопары 6). Через наблюдательное окно в печи излучение образца, проходя оптическую систему 3 (в качестве нее в зависимости от конкретных условий может быть использован либо микроскоп, либо телевик, либо другой объектив), попадает на чувствительный элемент пирометра 1. Визуальное отображение поля зрения пирометра важно для фокусировки оптической системы, наведения на нужную область образца перед началом опыта. Компьютер 2 используется для управления режимами работы пирометра, приема данных, проведения их обработки.

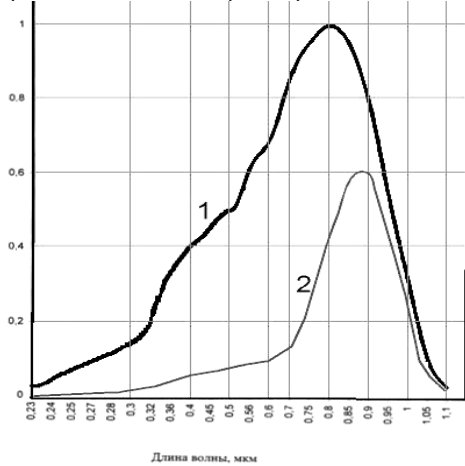
# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОРИСТЫХ СВС МАТЕРИАЛОВ

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

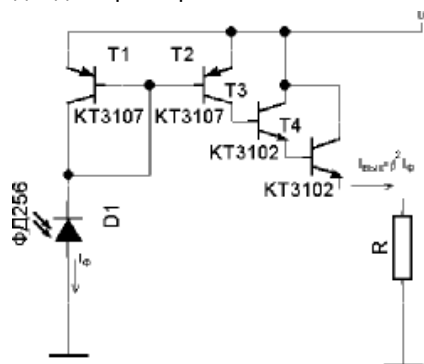
Пирометр. Применялся пирометр частичного излучения (рис. 3), чувствительным элементом которого являлся кремниевый фотодиод (ФД256).



а)- пирометр с оптической системой: 1- светофильтр (ИКС7); 2-объектив «Юпитер-9»; 3-приставка ПЗФ; 4-пирометр; 5-блок питания



б)- спектральная характеристика кремниевового фотодиода 1, и спектральная характеристика диода с фильтром ИКС7 2



в)- принципиальная схема усилителя фотодатчика

Рис.3. Внешний вид (а), спектральная характеристика (б) принципиальная схема пирометра (в)

Оптическая система состоит из фотообъектива «Юпитер-9», приставки ПЗФ. Конструкция пирометра позволяет изменять размер области наблюдения объекта (набор диафрагм определенных размеров).

Применение фильтра ИКС7 позволило получить на кремниевом диоде полосу пропускания шириной примерно 0,3мкм с максимумом чувствительности на длине волны 0,85 мкм (ближняя ИК область). Спектральная характеристика кремниевого фотодиода и расчетная результирующая характеристика с фильтром приведены на рисунке 3 б.

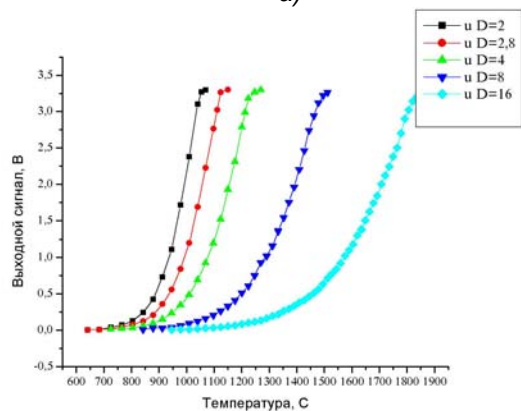
Принципиальная схема усилителя фотодатчика представлена на рисунке 3в. Точковый сигнал фотодиода снимается при помощи токового зеркала [3,4] (Т1-Т2) и усиливается транзисторами Т3,Т4, включенными по схеме Дарлингтона. Общее усиление схемы достигает порядка 90-110 дВ.

Методика калибровки пирометра. Градуировка пирометра проводилась по образцовой вольфрамовой лампе Си 10-300 (ТРУ 1100-2350) в диапазоне температур 660—1150°С при различных расстояниях от источника (150 и 250мм).

Калибровочный стенд и калибровочные зависимости приведены на рис. 4.



а)



б)

Рис.4. Калибровочный стенд (а) и калибровочные кривые пирометра (б)

Экспериментальный стенд представлен на рис. 5.

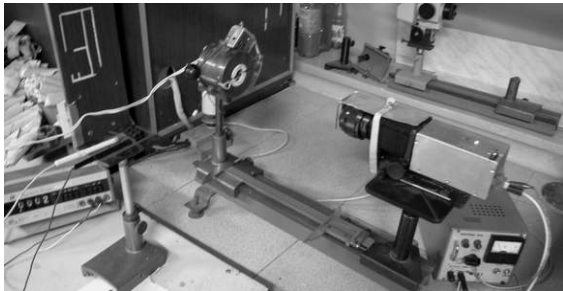


Рис.5 Фотография экспериментального стенда для определения излучательной способности СВС материалов

Основные экспериментальные результаты определения излучательной способности показаны на рис. 6. Исследовались образцы NiAl с поверхностной пористостью от 58 до 70%. Видна прямая корреляция  $\epsilon$  от пористости, кроме того зависимость  $\epsilon$  от пористости носит нелинейный характер (см. рисунок 7 б).

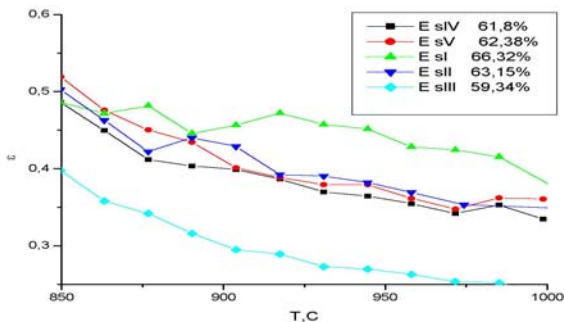
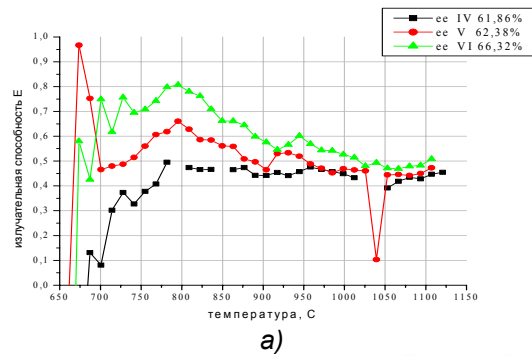


Рис.6. Зависимость излучательной способности образцов NiAl различной пористости от температуры

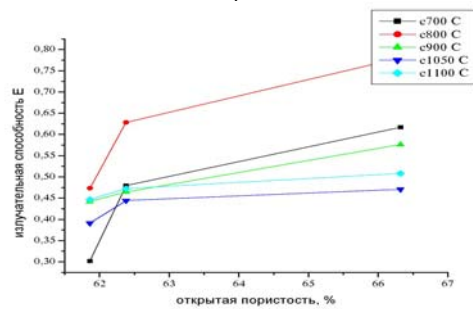
На низких температурах 700-800 °С наблюдался максимум  $\epsilon$  (рис. 7 а), что связано по-видимому с ростом ошибок измерения, поскольку в этом диапазоне полезный сигнал был соизмерим с уровнем темного сигнала и шагом дискретизации.

Предварительные результаты по определению излучательной способности образцов NiAl и зависимости ее от открытой пористости представлены на рис.7.

Стабилизация  $\epsilon$  на высоких температурах (рис. 7а) позволяет сделать предположение о существенном влиянии излучения пор в общий поток. Поскольку поры занимают большую часть поверхности образца (рис. 1), можно пусть и в определенном температурном диапазоне рассматривать пористые образцы как «серое» тело с некоторой постоянной излучательной способностью.



а)



б)

Рис.7. Зависимость излучательной способности образцов NiAl от температуры (а) на длине волны 0,8мкм и открытой пористости образцов (б)

## ВЫВОДЫ

Предлагаемая схема пирометра с нелинейным преобразованием сигнала позволяет отслеживать малые изменения потока теплового излучения, что дает возможность наблюдать изменение излучательной способности материала.

Проведенные исследования позволяют сделать вывод о существенном вкладе пор в тепловое излучение пористого материала, следовательно, при проведении пирометрических измерений можно работать в приближении «серого» тела.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Евстигнеев В.В., Вольпе Б.М., Милукова И.В. Интегральные технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. – М.: Высш. Шк., 1996 г. -276с.
2. Излучательные свойства твердых материалов. Справочник / Под общ. ред. А.Е. Шейндлина. – М.: Энергия, 1974. - 472с.
3. Хоровиц П., Хилл У. Искусство схемотехники: В 3-х томах: Т.2. Пер. с англ. -4-е изд. перераб. и доп. – М.: Мир, 1993.-371с.
4. Алексеенко А.Г., Коломбет Е.А., Стародуб Г.И. Применение прецизионных аналоговых микросхем. - 2-е изд., перераб. и доп.- М.: Радио и связь, 1985.-256с.