

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Национальный исследовательский Томский  
политехнический университет»

На правах рукописи

Ли Линь

**АППАРАТНО-ПРОГРАММНЫЙ ЛАЗЕРНЫЙ  
КОМПЛЕКС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПАРАМЕТРОВ  
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ГОРЕНИЯ**

Специальность: 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
кандидат физ.-мат. наук, доцент,  
Губарев Федор Александрович

Томск – 2019

<b>Введение.....</b>	<b>5</b>
<b>ГЛАВА 1. Горение нанопорошков металлов и аппаратура для исследования высокотемпературных процессов.....</b>	<b>14</b>
1.1. Свойства нанопорошков металлов.....	14
1.2. Термодинамика и кинетика процессов горения порошков металлов.....	17
1.2.1. Горение нанопорошка алюминия в воздухе.....	17
1.2.2. Горение смесей нанопорошка алюминия и других металлов...	19
1.3. Спектральные характеристики горящих материалов.....	19
1.4. Аппаратура для исследования исходных материалов и продуктов сгорания.....	22
1.4.1. Просвечивающая электронная микроскопия.....	23
1.4.2. Калориметрия.....	24
1.4.3. Термография.....	25
1.5. Методы и аппаратура для исследования процесса горения нанопорошков.....	27
1.5.1. Пирометрия.....	27
1.5.2. Термометрия.....	28
1.5.3. Синхротронная спектроскопия.....	29
1.5.4. Использование ударной трубки.....	32
1.5.5. Измерение коэффициента излучения.....	33
1.5.6. Лазерный нагрев.....	34
1.5.7. Лазерное инициирование.....	35
1.5.8. Скоростная видеорегистрация.....	37
1.6. Лазерный монитор в задачах диагностики высокотемпературных процессов.....	41
1.6.1. Лазерный проекционный микроскоп и лазерный монитор.....	41
1.6.2. Лазерный монитор на парах бромида меди для наблюдения высокотемпературных процессов.....	43
1.7. Лазерная спекл-визуализация.....	47
1.7.1. Явление лазерных спеклов.....	48
1.7.2. Применение лазерной спекл-визуализации в задачах неразрушающего контроля и диагностики.....	50
1.8. Выводы по главе 1.....	52

<b>ГЛАВА 2. Аппаратно-программный лазерный комплекс для исследования параметров высокотемпературного горения.....</b>	<b>54</b>
2.1. Скоростная видеорегистрация горения нанопорошков.....	54
2.2. Оптическая система на основе усилителя яркости.....	57
2.2.1. Конструкция активных элементов, используемых в качестве усилителей яркости .....	58
2.2.2. Схема исследования оптических характеристик усилителей яркости.....	59
2.2.3. Оптическая схема лазерного монитора для наблюдения процесса горения нанопорошков металлов.....	62
2.2.4. Синхронизация скоростной камеры и усилителя яркости.....	67
2.2.5. Схема удаленного наблюдения.....	68
2.3. Наблюдение процесса горения с использованием лазерной подсветки.....	72
2.4. Аппаратура лазерной спекл-визуализации.....	75
2.4.1. Схема эксперимента по получению и записи лазерных спеклов для исследования поверхности нанопорошков металлов.....	75
2.4.2. Методика обработки лазерных спеклов.....	77
2.4.3. Программное обеспечение для обработки лазерных спекл-изображений.....	79
2.5. Комплексная система лазерной визуализации.....	82
2.6. Объект исследования.....	84
2.7. Выводы по главе 2.....	88
<b>ГЛАВА 3. Исследование горения нанопорошков металлов и их смесей с использованием лазерной подсветки и лазерного монитора</b>	<b>89</b>
3.1. Исследование характеристик усилителя яркости.....	89
3.2. Скоростная визуализация в собственном свете процессов горения различных нанопорошков в воздухе.....	96
3.2.1. Нанопорошок алюминия.....	96
3.2.2. Термитная смесь $Al+Fe_2O_3$ .....	98
3.2.3. Смеси $наноAl+наноFe$ , $наноAl+АСД-6М+наноFe$ , $наноAl+АСД-6М+микроFe$ .....	100

3.3. Регистрация процесса горения нанопорошков с использованием лазерной подсветки.....	101
3.3.1. Нанопорошок алюминия.....	101
3.3.2. Смесь наноAl+наноFe и термитная смесь наноAl+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	103
3.4. Наблюдение процесса горения нанопорошков металлов с использованием лазерного монитора.....	105
3.4.1. Нанопорошок алюминия.....	105
3.4.2. Смесь нанопорошка алюминия с микропорошком алюминия и термитная смесь наноAl+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	110
3.4.3. Дистанционное наблюдение горения смесей наноAl+наноFe, наноAl+АСД-6М+наноFe, наноAl+АСД-6М+микроFe.....	112
3.4.4. Дистанционное наблюдение горения модельного твердого топлива.....	119
3.5. Выводы по главе 3.....	120
<b>ГЛАВА 4. Исследование динамики процессов с применением метода корреляции цифровых спекл-изображений.....</b>	<b>123</b>
4.1. Влияние параметров источника излучения и параметров расчета на погрешность определения коэффициента корреляции.....	123
4.2. Динамика лазерных спеклов при горении нанопорошков металлов в воздухе.....	132
4.3. Выводы по главе 4.....	142
<b>Заключение.....</b>	<b>144</b>
<b>Литература.....</b>	<b>146</b>
<b>Приложение 1.....</b>	<b>163</b>

## **Введение**

### **Актуальность работы**

Визуализация является одним из основных способов изучения физических процессов и закономерностей. Вещество, существующее в реальности, претерпевает изменения в ходе взаимодействия с другими веществами, и эти изменения приводят к изменениям физических или химических свойств вещества. Посредством наблюдения изменений физических и химических свойств вещества в ходе динамических процессов появляется возможность исследования причин, изменяющих вещество. Существует ряд динамических процессов, исследование которых обычными визуальными методами затруднено или невозможно. Кроме этого, некоторые динамические процессы сопровождаются высокотемпературными состояниями вещества, исследование которых может быть опасно для наблюдателя или оборудования. В связи с этим разработка методов для наблюдения динамики высокотемпературных процессов является актуальной задачей.

Интерес к изучению динамики высокотемпературных процессов привел к возникновению и развитию нескольких разновидностей методов исследования. Наиболее распространёнными из них являются калориметрия, пирометрия, спектрометрия, использование ряда термопар, расположенных вдоль образца для измерения скорости горения, применение синхротронного излучения, регистрация яркости собственного свечения с использованием фотодиода, скоростная видеорегистрация. Существующие методы позволяют достаточно точно измерять температуру горения и исследовать форму плазменного факела, но не позволяют исследовать поверхность образца в режиме реального времени, в частности исследовать форму фронта горения, морфологию поверхности, отражательную способность. При использовании ряда термопар, термопары разрушаются в ходе измерений, имеют невысокую точность и большую инерционность определения скорости горения.

Среди объектов исследования с помощью скоростной видеорегистрации следует выделить горение нанопорошка алюминия в воздухе. Алюминий

является одним из распространенных металлов в земной коре и содержит большую потенциальную энергию. Поэтому нано- и микропорошки алюминия, а также смеси нано- и крупнодисперсных порошков алюминия часто используются в качестве добавок при производстве твердого топлива. В связи с наличием интенсивной фоновой засветки в процессе горения нанопорошка металла непосредственное визуальное наблюдение поверхности порошка существенно затруднено. Лазер как источник монохроматического излучения имеет узкую полосу генерации и усиления. Использование лазера в качестве источника света в методах неразрушающего контроля и диагностики позволяет эффективно подавить интенсивную фоновую засветку и исследовать характер и параметры горения порошков металлов.

Одним из методов неразрушающего контроля является применение лазерных спеклов, в частности метод корреляции цифровых спекл-изображений. Оптические методы на основе интерференции лазерного излучения позволяют определять характер рассеяния света объектом исследования. Изменение оптических свойств нанопорошков во время горения позволяет полагать, что методы спекл-интерферометрии могут использоваться для определения характеристик процесса горения. В частности, изменение коэффициента корреляции цифровых спекл-изображений может являться количественной характеристикой процесса горения, с помощью которой возможно определение скорости и продолжительности стадий горения.

**Объектами исследования** являются нано- и микропорошки металлов и их оптические характеристики.

**Предметом исследования** являются методы, алгоритмы и аппараты для наблюдения динамики процессов горения нано- и микропорошков металлов.

**Цель исследования:** разработка аппаратно-программного комплекса для наблюдения и измерения параметров высокотемпературного горения нано- и микропорошков металлов и их смесей в режиме реального времени.

Для достижения поставленной цели в рамках диссертационной работы необходимо решить следующие **задачи**:

1. Разработать макет лазерного монитора для скоростной визуализации, позволяющий исследовать высокотемпературное горение нанопорошков металлов и их смесей. Провести исследование процесса горения нанопорошков металлов с использованием разработанного макета.
2. Разработать способ количественной оценки коэффициента отражения поверхности нанопорошка при наблюдении с помощью лазерного монитора.
3. Определить характер влияния параметров работы усилителя яркости на характеристики излучения.
4. Разработать метод мониторинга на основе анализа спекл-изображений для наблюдения изменения характеристик отражения порошковых (нано- и микропорошки металлов) объектов.
5. Провести оптимизацию параметров обработки лазерных спекл-изображений и оценить влияние источника излучения на точность измерений.
6. Разработать программное обеспечение, позволяющее проводить анализ спекл-изображений, а также изображений, полученных с помощью лазерного монитора.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Неоднородность усиления в центре пучка, характерная для лазеров на парах металлов, может выравниваться в первые 7–10 нс (18 нс для ГРТ большого активного объема) путем оптимизации концентрации паров рабочего вещества и введения активной добавки НВг. При этом не обеспечивается равномерный профиль на протяжении всего импульса генерации, который не влияет на качество изображения объекта, расположенного на расстоянии до 1 м от активного элемента.
2. Изменение яркости изображений, формируемых усилителем яркости, позволяет оценивать изменение коэффициента отражения поверхности

горящего образца нанопорошка в диапазоне до 2,5 раза в режиме реального времени со скоростью нарастания до 180 %/с.

3. Разработанный аппаратно-программный комплекс позволяет проводить качественный и количественный анализ динамики процессов горения нанопорошков на расстоянии до 0,5 м, что превосходит возможности имеющихся лазерных мониторов.
4. Метод корреляции цифровых спекл-изображений позволяет определять скорость протекания и время стадий горения нанопорошков металлов в воздухе.

### **Достоверность результатов работы**

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, обеспечиваются воспроизводимостью экспериментальных данных, использованием современной регистрирующей аппаратуры и программного обеспечения, согласием результатов измерений, выполненных различными методами и средствами, и непротиворечивостью опубликованным ранее результатам других авторов.

### **Научная новизна**

1. Впервые реализовано наблюдение процессов горения нанопорошков металлов в воздухе с использованием лазерного монитора. Показана возможность изучения морфологии поверхности горящего образца в режиме реального времени.
2. Предложены метод количественной оценки процессов горения по изменению отражательной способности поверхности порошка и устройство, реализующее этот метод.
3. Определен характер влияния параметров работы усилителя яркости на парах бромида меди на радиальное распределение усиления и оптимальные параметры работы для получения равномерного профиля усиления. Выявлено изменение радиального распределения усиления во время импульса генерации.



4. Предложена техника эксперимента на основе метода корреляции цифровых спекл-изображений для определения временных параметров процессов горения нанопорошков.

#### **Практическая ценность результатов**

1. Разработан макет лазерного монитора для исследования временных параметров и режима горения нанопорошков металлов и их смесей.
2. Разработан метод количественной оценки процесса горения нанопорошка металла и устройство на его основе, защищенные патентами РФ.
3. Разработан аппаратно-программный комплекс для исследования динамики горения нанопорошков металлов и других рассеивающих сред на основе метода корреляции цифровых спекл-изображений.

#### **Апробация результатов работы**

Материалы диссертационной работы доложены и обсуждены на следующих конференциях и симпозиумах:

1. XX International Conference of Young Specialists on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices – EDM'2019, НГТУ, ЗСОЛ «Эрлагол», п. Чемал.
2. VX Международная выставка и научный конгресс «Интерэкспо ГЕО-Сибирь 2019», СГУГиТ, г. Новосибирск.
3. VI International Symposium on Optics and Biophotonics, СГУ, г. Саратов, 2018 г.
4. Progress in Electromagnetic Research Symposium (PIERS) in Shanghai (Китай, 2016 г.), St. Petersburg (Россия, 2017 г.), Toyama (Япония, 2018 г.).
5. Международная научно-практическая конференция «Информационно-измерительная техника и технологии», ТГУ, г. Томск, 2016, 2017, 2018 гг.
6. Всероссийская молодежная научно-практическая конференция «Орбита молодежи», ТПУ, г. Томск, 2017 г.
7. Международная конференция по инновациям в неразрушающем контроле SibTest, ТПУ, г. Новосибирск, 2017 г.
8. NDE 2017 Conference & Exhibition of the society for NDT (ISNT), ИТ Madras, Chennai (India).

9. XXI Международная научная конференция студентов и молодых учёных «Современные техника и технологии», ТПУ, г. Томск, 2015 г.

### **Реализация результатов работы**

Результаты работы использованы при выполнении работ по Государственному заданию «Наука», проект № 11.1928.2017/4.6.

Материалы диссертационной работы используются в учебном процессе при подготовке магистров по направлению 12.04.04 «Биотехнические системы и технологии».

### **Личный вклад автора**

состоит в

- построении оптических схем экспериментов;
- проведении экспериментальных исследований;
- разработке методики проведения исследований и обработке цифровых изображений;
- разработке прототипа прибора для измерения времени свертывания крови;
- обработке полученных экспериментальных данных, построении графиков и зависимостей, подготовке публикаций.

Постановка задач исследований и анализ полученных данных осуществлялись совместно с научным руководителем. Результаты, составившие основу защищаемых положений, получены лично автором, либо при его определяющем участии.

В работе, на разных её этапах, участвовали сотрудники Томского политехнического университета А.П. Ильин, М.С. Кленовский, Я.С. Пеккер и студенты Томского политехнического университета Ю.Д. Сытник, А.И. Блошкина, П.А. Антипов.

### **Структура и краткое содержание работы**

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и одного приложения.

**Во введении** обоснована актуальность темы исследования,

сформулированы цели и задачи диссертационной работы, научная новизна и практическая значимость, положения, выносимые на защиту, приведено краткое содержание работы.

**В первой главе** проведен литературный обзор работ по теме исследования. Рассматриваются основные характеристики и свойства нанопорошков металлов, в частности нанопорошка алюминия и смесей нано- и крупнодисперсных порошков. Рассматриваются такие параметры, как температура и скорость горения, тепловыделение, яркость и другие. Рассматриваются вопросы активации нанопорошков, которая используется для модификации их свойств. Представлена существующая аппаратура и методы исследования динамики процессов горения нанопорошков металлов, а также аппаратура для исследования исходных продуктов и продуктов сгорания. Особое внимание уделяется оптическим методам исследования, в частности скоростной видеосъемке и лазерной визуализации.

Наряду с применением скоростного фотографирования рассматривается явление лазерных спеклов при освещении рассеивающих и отражающих сред когерентным монохроматичным светом. Обсуждаются вопросы применения лазерной спекл-визуализации в контроле.

**Во второй главе** описываются аппаратура и методы, которые применялись для решения поставленных задач диссертационной работы, их принцип работы и используемые компоненты. Представлены различные оптические системы для наблюдения высокотемпературного горения порошков металлов с использованием скоростной видеорегистрации.

В главе также описывается существующее оборудование для регистрации изображений процесса горения нано- и микропорошков. Отмечается необходимость применения синхронизации скоростной камеры и активного элемента усилителя яркости для повышения качества визуализации. Описывается конструкция активных элементов, используемых в качестве усилителей яркости, и особенности их работы. Приведены схемы для исследования процесса горения нанопорошков с применением лазерного

инициирования, с одновременной регистрацией изображений поверхности скоростной камерой и средней яркости изображений быстродействующим фотодиодом. Предложенная схема позволила наблюдать процесс горения нанопорошков металлов на расстоянии 0,5 м. Описывается техника эксперимента для регистрации и обработки лазерных спеклов при освещении поверхности нанопорошков излучением твердотельного лазера с длиной волны 532 нм.

Для верификации метода корреляции цифровых спекл-изображений применялась комплексная схема, комбинирующая три различных метода визуализации, которые дополняют друг друга. Такой подход позволяет одновременно проводить качественную и количественную оценку процесса горения, а также верифицировать используемые методы по отношению друг к другу.

**В третьей главе** приводятся результаты исследования радиального распределения усиления активной среды усилителя яркости, которое проводилось с целью выявления влияния условий работы усилителя яркости и мощности накачки на профиль усиления и интенсивность пучка излучения и поиска оптимальных режимов визуализации.

Представлены результаты скоростной визуализации в собственном свете процессов горения различных нанопорошков в воздухе, результаты наблюдения процесса горения различных нанопорошков с лазерной подсветкой и результаты исследования процесса горения нанопорошков металлов и смесей с использованием лазерного монитора. Кроме этого, предлагается использовать сигналы средней яркости усилителя яркости для контроля в режиме реального времени отраженного от поверхности горящего образца сигнала, который отслеживает изменение поверхности образца.

**В четвертой главе** представлены результаты исследования динамики процессов с применением метода корреляции цифровых спекл-изображений.

Рассмотрены вопросы оптимизации параметров обработки лазерных спекл-изображений и влияние источника излучения на точность измерений.

Приводятся результаты исследования динамики лазерных спеклов при горении нанопорошков металлов в воздухе. Для анализа динамики лазерных спеклов использовался коэффициент корреляции спекл-изображений. В диссертации представлены временные зависимости коэффициента корреляции в процессе горения нанопорошка алюминия в воздухе, а также показаны средняя яркость спекл-изображений и средняя яркость изображений лазерного монитора.

**В заключении** сформулированы основные результаты работы.

**В приложении 1** представлен акт использования результатов работы в учебном процессе.

## **ГЛАВА 1. Горение нанопорошков металлов и аппаратура для исследования высокотемпературных процессов**

### **1.1. Свойства нанопорошков металлов**

Нанопорошки, также называемые наночастицами, обычно относятся к ультратонким частицам размером от 1 до 100 нм. Их масштаб больше атомного кластера и меньше средней частицы. Размер рассчитывается, исходя из того, что каждый атом имеет размер 1 ангстрем и частица содержит от  $10^3$  до  $10^8$  атомов. Форма наночастиц бывает сферической, пластинчатой, стержнеобразной, роговидной, губчатой и т. д. Компоненты, образующие наночастицы, могут представлять собой металлы, оксиды и другие соединения.

Нанопорошки алюминия активно исследуются в настоящее время благодаря потенциалу улучшения характеристик твердого топлива и взрывчатых веществ [1–7]. Алюминий и некоторые другие металлы являются высокоэнергетическими материалами, характеризующимися высокой выделяемой при сгорании энергией, как показано в табл. 1.1. Литий, бериллий и бор также активно исследуются, но наибольшее распространение получил алюминий, благодаря относительно высокой удельной энергии, он не является летучим или токсичным, как литий и бериллий, и легче воспламеняется, чем бор [8–11]. Удельная энергия при сгорании алюминия, включая массу окислителя, больше, чем у жидкого водорода и динамита. Однако алюминий требует высокую температуру для воспламенения, что ограничивает его потенциальное использование в таких применениях, как создание взрывчатых веществ. В составах ракетного топлива алюминий используется для повышения температуры (и, в свою очередь, давления) газов сгорания в камере сгорания. В ракетном ускорителе алюминий составляет ~20 % от массы смеси ракетного топлива.

Как только достигается порог воспламенения, сгорание алюминия еще больше повышает температуру. При создании взрывчатых веществ алюминий используется для усиления первоначального взрыва. В термобарических устройствах алюминий диспергируется перед детонацией и затем реагирует с

окружающей средой при прохождении детонационной ударной волны. В усиленных взрывах алюминий может использоваться в качестве конструкционной реактивной оболочки, которая взаимодействует с детонационными газами и окружающим воздухом после разрушения конструкции.

Таблица 1.1. Удельная энергия сгорания металлов и других распространенных видов топлива

Тип топлива	Топливо и окислитель, МДж/кг	Топливо МДж/кг
Be	-24,4	-67,6
Li	-19,8	-42,6
B	-18,3	-58,9
Al	-16,4	-31,0
H <sub>2</sub> (жидкость)	-15,0	-121,0
Mg	-149	-24,7
бензин	-10,0	-45,0

Как в составе ракетного топлива, так и при создании взрывчатых веществ, необходимо уменьшить общее время горения алюминиевых частиц. В ракетах, если частица не полностью сгорает в течение времени пребывания в камере сгорания, избыточная энергия теряется на выходе из сопла. В составе взрывчатых веществ частицы должны воспламениться и быстро сгореть за ударным фронтом, чтобы повысить давление взрыва до гашения. По этой причине существует большой интерес к уменьшению времени горения и температуры воспламенения частиц алюминия. Сокращение времени горения и задержки зажигания приведет к увеличению энергетического импульса, что может привести к значительному увеличению тяги в ракетах и взрывного избыточного давления во взрывчатых веществах.

Процесс горения алюминия менее понятен и малоизучен в

наномасштабах. Известны работы по моделированию горения наноалюминия [12–14]. Однако надежная модель, способная моделировать кинетику горения в широком диапазоне условий, еще не получена.

Показано, что нанопорошок алюминия воспламеняется при температурах значительно ниже температуры плавления оксида алюминия (2300 К), которая является температурой воспламенения частиц алюминия, превышающей приблизительно 1 мкм [14, 15]. Это является желательным свойством для сжигания металла, и одной из основных характеристик, которая вызвала большой интерес к использованию нанопорошка алюминия, а не более крупных частиц. Существуют конкурирующие теории механизма зажигания нанопорошка алюминия в диапазоне температур между температурой плавления алюминия (930 К) и температурой плавления оксида алюминия (2300 К), поскольку более крупные частицы не воспламеняются в этом температурном диапазоне. Основными теориями механизма воспламенения являются диффузионное окисление [12, 15] и дисперсия расплава [14, 16].

Механизм диффузионного окисления предполагает, что окислитель диффундирует через слой оксида алюминия для гетерогенной реакции с алюминиевой сердцевиной [17]. Начальная реакция нагревает частицу, что, по-видимому, увеличивает кинетику и, возможно, диффузию в твердом состоянии. В этой модели твердофазная диффузия является ограничивающей скоростью стадией окисления. Твердофазная диффузия алюминия через оксидную оболочку происходит намного медленнее, чем диффузия окислителя в газовой фазе на внешнюю поверхность частиц.

Другой основной теорией механизма зажигания и горения наноалюминия является механизм диспергирования расплава. Этот механизм предполагает, что тепловое напряжение в слое оксида наночастиц во время нагрева вызывает раскалывание алюминия в нанокластеры, которые способны реагировать кинетически ограниченным образом [12].



## **1.2. Термодинамика и кинетика процессов горения порошков металлов**

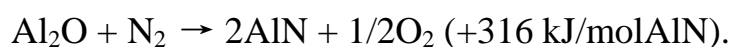
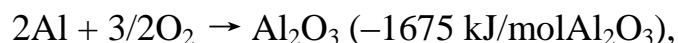
В процессах воспламенения и горения порошков металлов наиболее негативное влияние оказывает оксидная пленка, которая образуется из-за стабилизации частиц и предпламенного окисления [18]. В связи с этим влиянием кинетика воспламенения и горения металлов отличается от кинетики других веществ. Параметр, по которому различают свойства оксидной пленки различных веществ – это критерий Пиллинга–Бэдворса, который характеризует соотношение объемов оксида и металла. По анализу разных значений критерия Пиллинга–Бэдворса судят, может ли сплошная пленка покрыть металл. В отличие от крупнодисперсных порошков, свойства предпламенного окисления и воспламенения нанопорошков металлов зависят от прочности газовой оболочки на поверхности, но не зависят от критерия Пиллинга–Бэдворса [19].

Условия предпламенного окисления зависят от состояния оксидной пленки на частицах металла, которая определяет время задержки воспламенения, температуру воспламенения, а также характер горения металла [20]. В работах [21, 22] представлены результаты исследования структуры и свойств оксидной пленки на частицах порошков. С помощью просвечивающей электронной микроскопии оксидных пленок получена информация о микрорельефе оксидного слоя на поверхности частиц, который имеет тонкую структуру, углубления и выпуклости.

### **1.2.1. Горение нанопорошка алюминия в воздухе**

Горение нанопорошка алюминия в воздухе происходит в две стадии, отличающиеся друг от друга температурой и яркостью горения. После инициирования тепловая волна относительно низкой температуры (600–800 °С) распространяется через образец. На этой стадии окисление алюминия не происходит, но поглощенный водород при пассивации нанопорошка сжигается [23]. Затем процесс горения ускоряется, переходя в режим теплового взрыва, и

температура может достигать 2000–2400 °С. На второй, высокотемпературной, стадии горения нанопорошка происходит реакция с кислородом и азотом в воздухе и синтезируется несколько типов промежуточных продуктов. На этой стадии горения колебания температуры могут составлять 200–400 °С из-за протекания экзо- и эндотермических процессов [24]. Нижеприведенные формулы показывают реакции в процессе горения нанопорошка алюминия в воздухе с указанием энергетического эффекта:



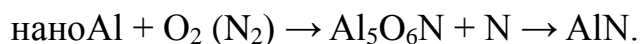
Кроме указанных в формулах промежуточных продуктов горения, в процессе горения также присутствует  $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$ . В работе [23] авторы изучили изменение состава образца нанопорошка алюминия в процессе горения с использованием синхротронного излучения, чтобы понять формирование промежуточных продуктов во времени. Согласно результатам дифрактометрии с использованием синхротронного излучения, протекание горения следующие.

1. После начала горения и нагревания нанопорошка алюминия интенсивность дифракционных максимумов металлического алюминия уменьшилась. Это соответствовало первой стадии процесса горения, включающей плавление алюминия внутри нанопорошка при температуре ~660 °С.

2. Во время реакции образования нитрида алюминия, которая соответствует второй стадии горения, результат не показал отражений металлического алюминия, и температура образца резко возросла.

3. Примерно через 15 с после начала горения начали формироваться кристаллические фазы оксида ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) и оксинитрида алюминия ( $\text{Al}_5\text{O}_6\text{N}$ ).

4. Образование кристаллической фазы из нитрида алюминия и металлического алюминия наблюдалось примерно через 22 с после начала горения. Таким образом, согласно проведенным исследованиям механизм образования нитрида алюминия схематически можно представить в виде



### 1.2.2. Горение смесей нанопорошка алюминия и других металлов

Исследование влияния добавки на процесс и продукты горения нанопорошка алюминия в воздухе представляет возможность управления интенсивностью горения. Наличие добавки влияет на температуру горения на второй стадии. Правило выбора добавки – небольшое содержание и не полное окисление, чтобы добавка не взаимодействовала с нанопорошком алюминия [24].

Горение термитной смеси нанопорошка алюминия с оксидом железа сопровождается образованием жидкой фазы (Fe, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), приводящей к формированию продуктов сгорания с крупными частицами размером более 100 мкм. Процесс окисления Al при температуре около 2400 °С – термитный. Протекание реакции происходит следующим образом:



### 1.3. Спектральные характеристики горящих материалов

Когда исследуемый образец сжигается, он испаряется, распыляется и возбуждается тепловым эффектом и химическим воздействием пламени (обычно от 1800 до 2500 °С). Для определения состава веществ, содержащихся в смеси, спектры излучения сравниваются с известными спектрами отдельных веществ.

Процесс анализа спектрального состава излучения горящих материалов обычно состоит из двух основных стадий: получение спектра и анализ спектра. В частности, его можно разделить на следующие этапы.

1. Образец превращается в газообразную или плазменную форму в процессе горения. Атомы с высокой энергией выделяют избыточную энергию и излучают характерные спектральные линии. Поскольку образец содержит разные атомы, генерируется электромагнитное излучение с разными длинами волн.

2. Генерируемое излучение с помощью спектроскопического элемента, такого как призма или дифракционная решетка, записывается на светочувствительной пластине в порядке длины волны, и получается регулярная спектральная линия, то есть спектрограмма, которая может быть измерена визуальным или фотоэлектрическим методом.

3. Качественный анализ образца осуществляется путем проверки наличия или отсутствия характерной линии элемента в спектре, дальнейшее измерение интенсивности каждой характеристической линии может быть количественно проанализировано.

Спектральные характеристики излучаемого в процессе горения света исследовались в работе [25]. График спектра горения алюминиевой суспензии (рис. 1.1) измерялся спектрометром при разном расстоянии. По результатам измерения авторы [25] соответствие между образованием Al и AlO и изменением спектральных характеристик. Температура определялось по континуумам низкого разрешения в спектральном диапазоне 400–900 нм.

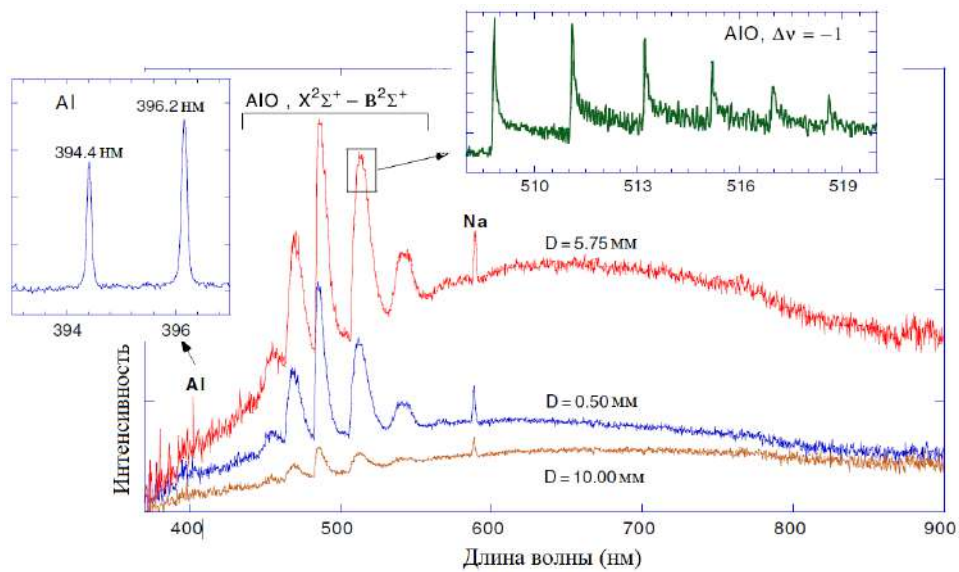


Рис. 1.1. График спектров горения алюминиевой суспензии

Спектральный состав излучения при горении нанокompозита 2Al-3CuO в воздухе исследовался в работе [26]. Излучение в процессе горения регистрировалось с помощью 32-канального спектрометра. Спектры приведены на рис. 1.2. Интенсивность излучения достигала максимума между

500 и 600 нм. Также очевидно, что излучение на более длинных волнах усиливается в течение более длительных периодов времени, что указывает на снижение температуры. Интересно, что авторы обнаружили разницу спектральных характеристик излучения при горении нанокompозитов  $2\text{Al}-3\text{CuO}$ , приготовленных разными методами.

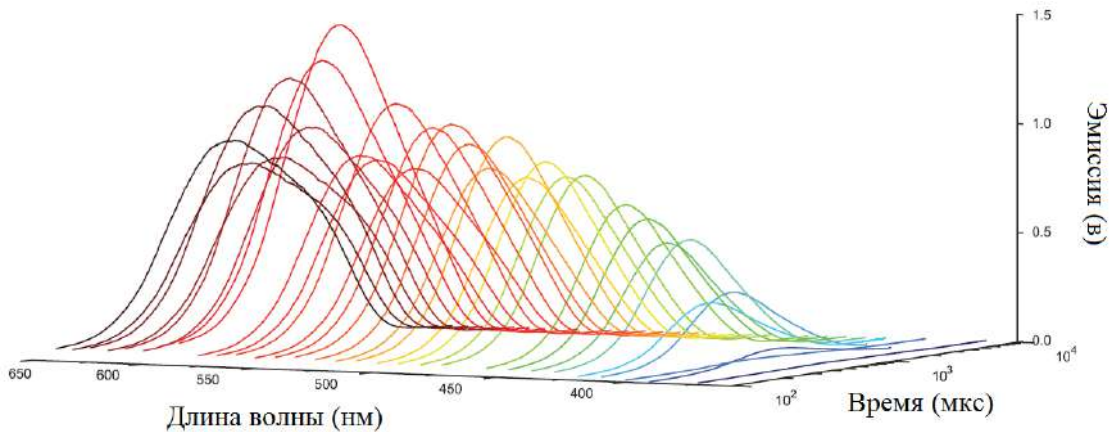


Рис. 1.2. Спектральные характеристики излучения при горении термитной смеси  $2\text{Al}-3\text{CuO}$  в воздухе

Анализ эмиссионных и абсорбционных спектральных характеристик горящих продуктов в процессе горения нанопорошка позволяет определить наличие промежуточных продуктов горения. Например, по регистрации спектральных характеристик излучения в процессе горения нанопорошка алюминия в ударной трубке возможно исследовать, при каких условиях горения производится сгоревший продукт оксид алюминия ( $\text{AlO}$ ). Типичный спектр при горении нанопорошка алюминия в воздухе близок спектру абсолютно черного тела, нагретого до температуры горения. Поскольку в процессе горения температура меняется, будет изменяться и спектр свечения.

В работе [27] авторы использовали абсорбционную спектроскопию для обнаружения присутствия  $\text{AlO}$  при горении частиц алюминия в кислородсодержащих средах в ударной трубке. Присутствие  $\text{AlO}$  отмечено резким пиком интенсивности излучения на длине волны около 460–530 нм в спектре [28]. Результаты показывают, что  $\text{AlO}$  был обнаружен вплоть до температуры 2083,4 и 1996 К для частиц микронного размера и не

присутствовал в большинстве экспериментов по горению нанопорошка алюминия. В последующей работе [29] отмечается незначительная эмиссия AlO для давлений до 20 и 32 атм. в оксигенированной и углекислотной средах. Однако значительный выброс AlO был обнаружен в кислородсодержащих газах при давлении равном 32 атм. (рис. 1.3).

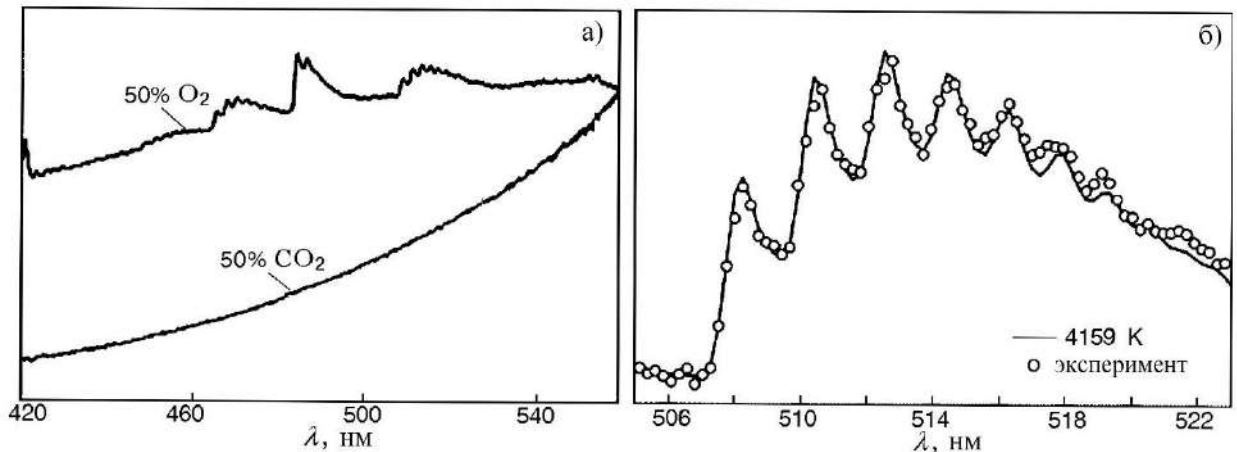


Рис. 1.3. Спектры эмиссии при сгорании наночастиц алюминия в оксигенированных и углекислотных средах при  $p = 32$  атм и  $T = 1900$  К (а) и сравнение измеренных и подогнанных спектров для частиц размером 80 нм в оксигенированной среде при  $p = 32$  атм и  $T = 1600$  К (б) [29]

#### 1.4. Аппаратура для исследования исходных материалов и продуктов сгорания

Наноматериалы представляют собой твердые материалы со структурой в нанометровом масштабе, с размерами кристаллов или частиц от 1 до 100 нм. Наноматериалы характеризуются формой и размером кристаллических зерен и границу между ними. Из-за неопределенности размера зерна и нерегулярности компонентов границы раздела атомов и зерен составляют 15–50 %. В то же время поскольку расположение атомов различно, границы раздела атомных структур не связаны друг с другом, что придает наноматериалам новое структурное состояние между кристаллическим состоянием и аморфным состоянием [30].

Высокая плотность атомного ядра и особая структура энергетических уровней атомного ядра делают наноматериал обладающим свойствами, отличными от обычных материалов или отдельных молекул. Например,

поверхностные эффекты, объемные эффекты, квантовые размерные эффекты, макроскопические квантовые туннельные эффекты и т. д. Эти особенности наноматериала приводят к изменениям механических, магнитных, диэлектрических, оптических и других свойств, которые имеют важное значение и широко используются в электронике, оптике, химии, биологии, медицине и других областях [31].

Таким образом, исследования электрических, магнитных, тепловых, оптических и механических свойств наноструктур, а также методы исследования и инструменты для наблюдения пространственного состава атомов и молекул составляют основные направления развития современных технологий наноматериалов.

#### **1.4.1. Просвечивающая электронная микроскопия**

В просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) ускоренный и сфокусированный электронный пучок направляется на очень тонкий образец. Электроны, сталкиваясь с атомами в образце, изменяют направление своего движения. Размер угла рассеяния связан с плотностью и толщиной образца, так что могут быть сформированы изображения с различной яркостью. Поскольку длина волны электрона де Бройля очень мала, разрешение просвечивающего электронного микроскопа намного выше, чем разрешение оптического микроскопа, и может достигать 0,1–0,2 нм, а увеличение составляет от десятков тысяч до миллионов раз. Следовательно, просвечивающая электронная микроскопия может использоваться для наблюдения тонкой структуры образца и даже структуры только одного столбца атомов, который в десятки тысяч раз меньше, чем самая маленькая структура.

В настоящей диссертационной работе для исследования исходных продуктов и продуктов сгорания нами использовался сканирующий электронный микроскоп Jeol JSM-840. На рис. 1.4 представлены микрофотографии исходного нанопорошка алюминия и продуктов сгорания

нанопорошка алюминия в воздухе. Как видно, исходные продукты имеют сферическую структуру и продукты сгорания представляют собой кристаллические кластеры, состоящие из кристаллов размером 0,5–1,5 мкм.

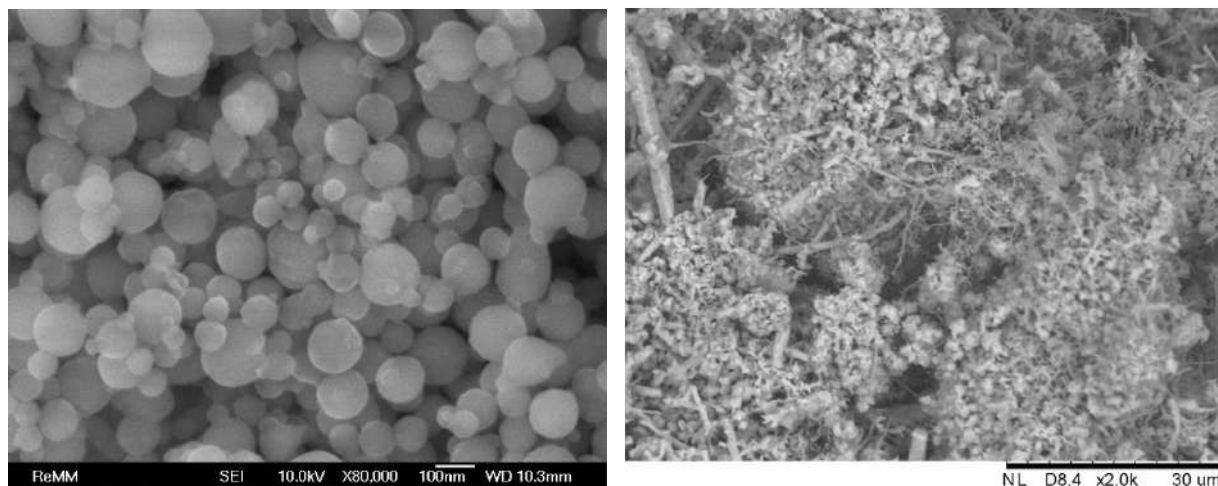


Рис. 1.4. Микрофотографии исходного нанопорошка (слева) и продуктов сгорания нанопорошка алюминия в воздухе (справа), полученных с помощью просвечивающего электронного микроскопа

### 1.4.2. Калориметрия

Калориметрия – это метод измерения теплоты и теплоемкости, участвующей в различных процессах (например, тепло химической реакции, скрытая теплота фазового перехода и т. д.). На практике изменение температуры соответствует поглощенному теплу. Для измерения при комнатной температуре используется изотермический или неизотермический калориметр.

Калориметрия обычно применяется для прямого определения тепловых эффектов, например теплоемкости материала, теплоты растворения, теплоты разбавления, теплоты нейтрализации и теплоты сгорания. Определение этих эффектов может также использоваться для расчета энтальпии образования определенных соединений. Теплотворная способность в процессе изменения материала имеет большое значение в химическом проектировании и производственной практике. Данные теплового эффекта часто используются для расчета константы равновесия и других термодинамических величин.



Калориметрия выполняется путем измерения тепла выделяемого при реакции, с помощью калориметра с известной теплоемкостью. Тепловой эффект определяется по изменению температуры калориметра во время реакции, то есть умножения теплового эквивалента  $K$  на величину изменения температуры. Тем самым, тепловой эффект реакции ( $Q = K\Delta t$ ) может быть получен напрямую.

Кроме измерения изменения температуры  $\Delta t$  во время эксперимента и теплового эквивалента  $K$  калориметра также необходимо точно определить количество и состояние веществ, участвующих в реакции.

Определение теплового эффекта окисления нанопорошка металлов является достаточным сложным процессом. Традиционно для определения энтальпии образования и окисления используется метод измерения с помощью калориметрической бомбы [32]. Калориметрическая бомба представляет собой калориметр, который измеряет выделяемое тепло при постоянной температуре окружающей среды. Он требует хорошей теплоизоляции между тепловой камерой и измеряемой средой. Трудность измерения заключается в наличии взаимодействия продуктов горения с элементами бомбы и большого количества измерений. По результатам измерения, тепловой эффект реакции окисления составляет 838,5 кДж/моль для алюминия, величина избыточной энергии – около 40–60 кДж/моль.

### **1.4.3. Термография**

Термография – это метод измерения соотношения массы и температуры при запрограммированном управлении температурой. Кривая, полученная с помощью термографического теста, называется термографической кривой. В качестве ординат указывается масса и тепловой поток. В качестве абсциссы указывается температура или время. Когда исследуемое вещество сублимируется, испаряется, разлагается в процессе нагревания, масса измеряемого вещества меняется. Анализируя термографическую кривую, можно узнать, при какой температуре изменяется измеряемое вещество, и в

соответствии с потерей веса вы можете рассчитать, сколько материала потеряно.

Термографический анализ обычно применяется для изучения термостойкости и состава материалов, а также часто используется в сочетании с другими аналитическими методами в реальном анализе материалов, чтобы выполнить всесторонний термический анализ и всесторонний и точный анализ материалов.

Дифференциальный термический анализ является разновидностью термографического анализа [33]. Он используется для регистрации фазовых превращений образца и их параметров. При исследовании характеристик нанопорошков с помощью дифференциального термического анализа можно определить 4 параметра химической активности: температуру начала окисления, максимальную степень окисления, степень превращения нанопорошка при определенном температурном интервале и удельный тепловой эффект [34]. На рис. 1.5 представлены результаты дифференциального термического анализа для нанопорошка алюминия.

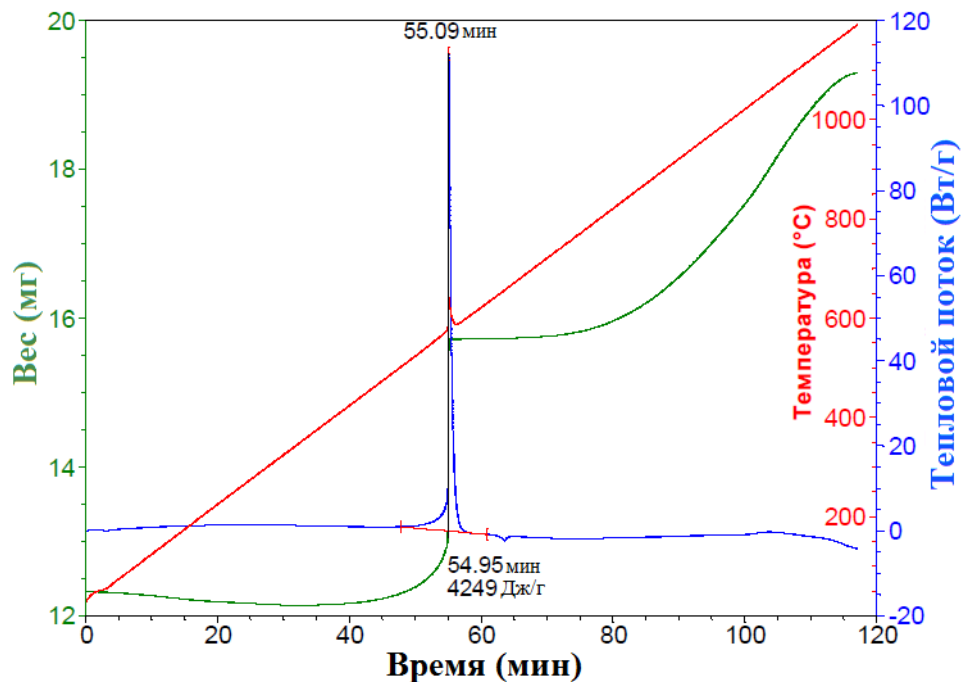


Рис. 1.5. Дифференциальный термический анализа нанопорошка алюминия в воздухе

## **1.5. Методы и аппаратура для исследования процесса горения нанопорошков**

### **1.5.1. Пирометрия**

Пирометр является своего рода термометром. Он использует принцип инфракрасной передачи для определения температуры поверхности объекта. Он удобен в эксплуатации, особенно при измерении высокотемпературных объектов. Пирометрия имеет широкий спектр применений, таких как контроль температуры печей, деталей машин, помещений и других объектов. В настоящее время наибольшее распространение получили инфракрасные термометры.

Инфракрасный термометр состоит из оптической системы, фотоприемника, усилителя сигнала, устройств обработки сигнала и вывода на дисплей. Оптическая система объединяет энергию инфракрасного излучения цели в пределах ее поля зрения. Размер поля зрения определяется оптическими компонентами термометра и их положением. Инфракрасная энергия фокусируется на фотоприемнике и преобразуется в соответствующий электрический сигнал. Сигнал проходит через усилитель и схему обработки сигнала и преобразуется в значение температуры измеряемой цели после коррекции в соответствии с внутренним алгоритмом и излучательной способностью цели.

При исследовании нанопорошков пирометр позволяет определить температуру пламени или распределение температуры пламени. Метод измерения температуры горения порошков с помощью пирометра относится к неконтактному методу и имеет точность  $\sim 50$  °С, которая ухудшается при увеличении температуры, особенно до 2000 °С и выше [35]. В работе [35] применялся оптический пирометр ЛОП-72 с переменной яркостью образцового излучателя.

### 1.5.2. Термометрия

Термопара – это часто используемый компонент измерения температуры в приборах для измерения температуры, который имеет непосредственный контакт с объектом исследования, и преобразует сигнал температуры в электрический сигнал, который измеряется стандартными методами измерения электрических сигналов. Термопары различаются в зависимости от задач, но их основная структура почти одинакова. Термопара обычно состоит из горячего электрода, защитной трубки с изолирующей втулкой, распределительной коробки и других компонентов. Как правило, термопара используется в совокупности с индикатором или другим прибором для сбора данных.

Термопары широко применяются для измерения температуры и имеют следующие преимущества: простая конструкция; широкий диапазон измерений температуры (от  $-40$  до  $+1600$  °C); непрерывное измерение температуры; относительно высокая точность. Поскольку термопара является пассивным датчиком, ей не требуется внешний источник питания для измерения. Термопары очень удобно использовать, поэтому они часто используются для измерения температуры газа или жидкости в печи и трубопроводе и температуры поверхности твердого тела.

Метод измерения температуры горения порошков с помощью термопар относится к контактному методу и имеет точность  $\sim 30$  °C. Температура контроля образцов может достигать  $2800$  °C (термопары BP5/BP20, Pt/PtRh). Во время экспериментов рабочий спай термопары погружается в образец или прикасается к нему [36].

Недостатком использования термопар является их разрушение во время измерений. Как правило, при измерении температуры горящих веществ термопары используются одно раз.

### 1.5.3. Синхротронная спектроскопия

Синхротронная спектроскопия – это метод и оборудование для анализа и исследования наноматериалов на основе синхротронного излучения – это электромагнитное излучение, испускаемое заряженными частицами со скоростью, близкой к скорости света, когда они движутся по дугообразной орбите в магнитном поле. Поскольку оно первоначально наблюдалось на синхротроне, его также называют синхротронным излучением. Синхротронное излучение представляет собой импульсный источник излучения высокой интенсивности, высокой степени направленности, высокой поляризации с непрерывными характеристиками от дальнего инфракрасного до рентгеновского диапазона. Основные преимущества синхротронного излучения представлены ниже.

- **Высокая яркость:** источник синхротронного излучения – это высокоинтенсивный источник света с высокой мощностью излучения и плотностью мощности. Рентгеновская яркость источника синхротронного излучения нового поколения в сотни миллионов раз выше, чем у рентгеновских аппаратов.

- **Широкий энергетический спектр:** синхротронное излучение имеет непрерывный спектр от дальнего инфракрасного диапазона, видимого света, ультрафиолетового до рентгеновского излучения, который может использоваться в соответствии с потребностями пользователей.

- **Ультракороткие импульсы:** синхротронное излучение – это импульсный свет с превосходной временной структурой импульса. Ширина регулируется в пределах  $10^{-11}$ – $10^{-8}$  секунд. Интервал между импульсами составляет от десятков наносекунд до микросекунд. Это свойство очень полезно для изучения процессов изменения, таких как процессы химических реакций, процессы жизнедеятельности, изменения структуры материала и микроскопические процессы загрязнения окружающей среды.

- **Высокое качество коллимации:** эмиссия синхротронного излучения сосредоточена в узком конусе с центром в направлении движения электрона.

Угол раскрытия очень мал, почти параллельный луч, сравнимый с лазером. Когда энергия доходит до 1 млрд, либо превышает 1 млрд электрон-вольт, кольцо накопления электронов имеет угол конуса менее 1 миллирадиана, который близок к параллельному пучку и меньше угла излучения обычного лазерного пучка.

- Высокая степень поляризации: синхротронное излучение полностью поляризовано в плоскости орбиты электрона со степенью поляризации 100 %, имеет эллиптическую поляризацию выше и ниже плоскости орбиты и горизонтальную поляризацию со степенью поляризации 75 %. Синхротронное излучение от отклоняющего магнита полностью линейно поляризовано в плоскости орбиты электрона, и, кроме того, свет любой поляризации может быть получен из специально разработанной вставки.

- Высокая чистота: синхротронное излучение производится в условиях сверхвысокого вакуума (от  $10^{-7}$  до  $10^{-9}$  Па в накопительном кольце) или высокого вакуума (от  $10^{-4}$  до  $10^{-6}$  Па). Не имеет загрязнения, вызванное примесями, и излучает очень чистый свет.

Синхротронное излучение широко применяется в фундаментальной и прикладной науке и технике. В нанопорошковых исследованиях синхротронное излучение применяется для определения состава горящих нанопорошков металлов. Данный метод позволяет исследовать динамику процесса горения. В работе [37] авторы помещали образец на рабочий стол дифрактометра, фокусировали синхротронное излучение на поверхности образца, инициировали горение и регистрировали дифрактограммы поверхности горящего компактного нанопорошка алюминия. На рис. 1.6 показано временное сканирование дифрактограмм конденсированных продуктов при сгорании. Абсцисса – это угол дифракции ( $2\Theta$ ), а ордината – время горения; каждая дифрактограмма соответствует определенному времени записи с момента инициирования.

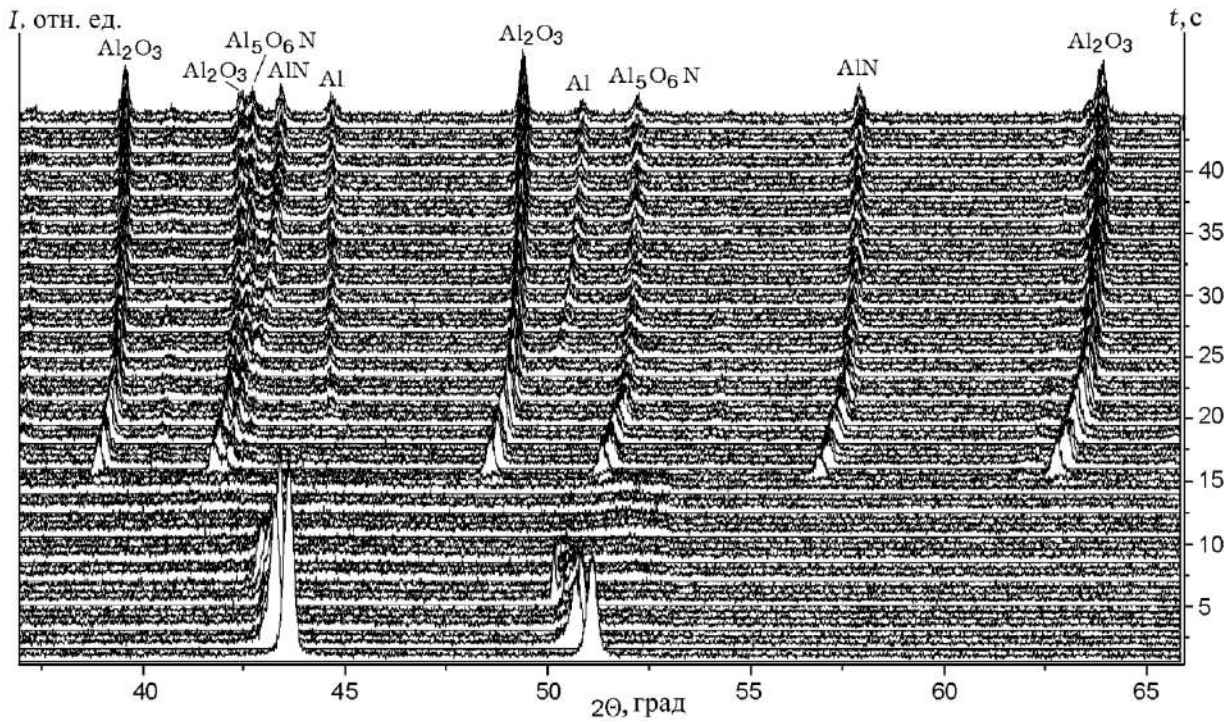


Рис. 1.6. Временные дифрактограммы поверхности горящего образца нанопорошка алюминия [37]

Фазовый состав измельченных конечных продуктов сгорания нанопорошка алюминия исследовался в работе [38] и представлен на рис. 1.7.

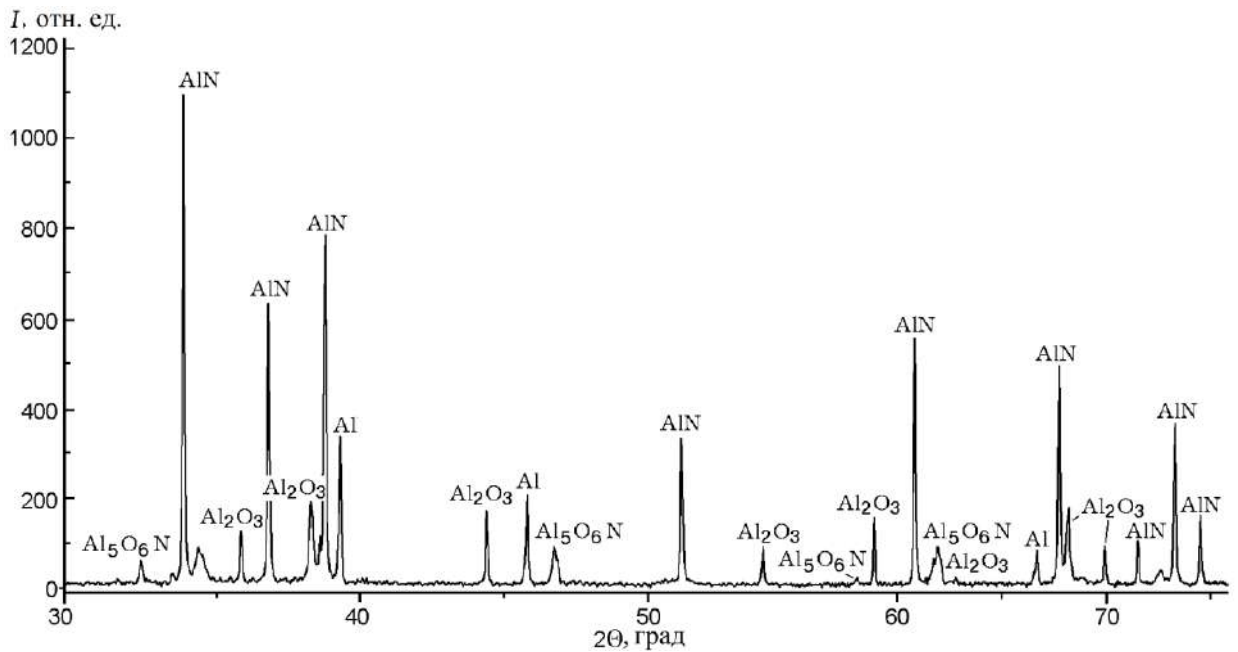


Рис. 1.7. Дифрактограмма конечных продуктов сгорания прессованного алюминиевого нанопорошка [38]

#### 1.5.4. Использование ударной трубки

Измерения с помощью высокотемпературной ударной трубки были применялись для измерения времени горения, температуры частиц и спектров излучения горящих наночастиц алюминия. Наночастицы были получены от четырех разных производителей с номинальными размерами 18, 50, 80 и 110 нм. Каждый образец имел логарифмическое распределение по размеру. Параметрическое исследование было выполнено путем измерения параметров горения номинально частицы размером 50 нм при изменении температуры окружающей среды, давления и окислительной среды.

Теории ударных труб хорошо понятны и могут быть найдены в работах, посвященных этой тематике [39, 40]. Ударная трубка способна генерировать строго контролируемые условия повышенной температуры и давления с различными окислителями. Ранее алюминий микронного размера был основной конденсированной фазой, исследованной на установке с использованием  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$  и  $\text{O}_2$  в качестве окислителей. Ударная трубка имеет сходящуюся секцию для ускорения скорости теплового взрыва и дуэльную диафрагму [41]. Ведущая секция имеет внутренний диаметр 16,5 см и длину 3,05 м. Ведомая секция имеет внутренний диаметр 8,9 см и длину 8,38 м. На рис. 1.8 показана схема ударной трубки, использованной в работе [41].

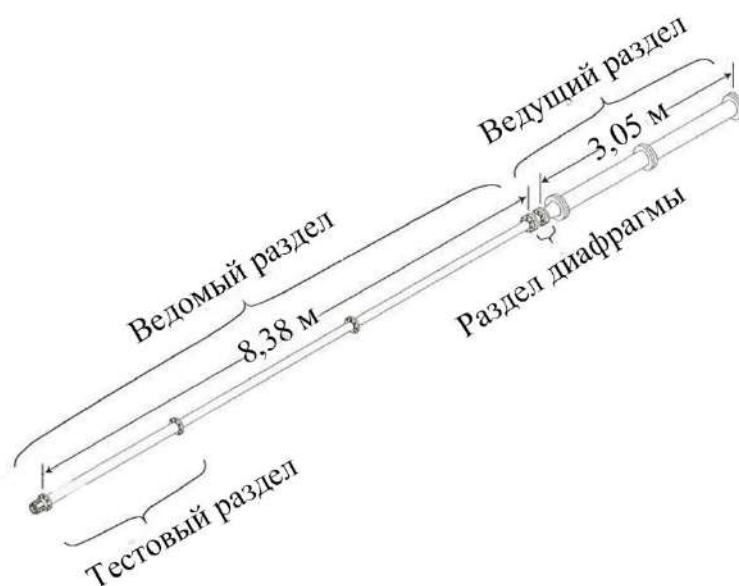


Рис. 1.8. Схема ударной трубки [41]



Итак, ударная трубка используется для создания среды с повышенной температурой и давлением позади ударной волны, которая распространяется вдоль ведущей секции трубки. При разрыве диафрагмы ударная волна переходит в ведомую секцию и распространяется по всей длине трубки. Температура и давление газа внутри трубки очень быстро повышается после теплового взрыва. Температура 1000–4000 К и давление от 1 до 40 атм. достигаются в ударной трубе путем изменения давления в ведомой секции. Температура, давление и окислительная среда могут изменяться практически независимо друг от друга.

### **1.5.5. Измерение коэффициента излучения**

Измерения коэффициента излучения проводились в ударной трубке аналогично измерениям при инициировании, но вместо этого использовались инертные частицы из наноразмерного алюминия в воздухе [42]. Частицы нагревались до известной температуры, а излучение от нагретых частиц контролировалось с помощью пирометра и разветвленного на три сегмента кабеля. Свет, собираемый через сапфировый наконечник, разделялся на три независимых сегмента, которые проходили через полосовые фильтры на длинах волн 705, 826 или 905 нм для регистрации на фотоумножителе.

Ученые в работе [43] ранее использовали нагрев наночастиц оксида алюминия тем же методом ударной трубки, чтобы определить зависимость интенсивности излучения от длины волны. Они регистрировали тепловое излучение спектрографом и CCD-камерой, аналогично тому, как это выполнялось при контроле испускания газовой фазы во время горения. Метод был пригоден для измерения зависимости интенсивности излучения от длины волны излучения при температурах частиц примерно до 2500 К. При температурах ниже 2500 К отношение шумов становилось слишком большим, чтобы точно подогнать спектры к кривой черного тела. Это не было проблемой для частиц микронного размера, потому что частицы алюминия микронного размера не воспламеняются до тех пор, пока температура окружающей среды

не станет 2300 К. Однако наночастицы воспламенялись при температурах до 1500 К, и поэтому допущение об излучении должно быть расширено до более низких температур для экспериментов, описанных в работе [42]. Это также было необходимо из-за того, что переход из жидкой среды в твердую форму, вероятно, произойдет при температуре ниже 2300 К, что может существенно изменить излучающие свойства материала.

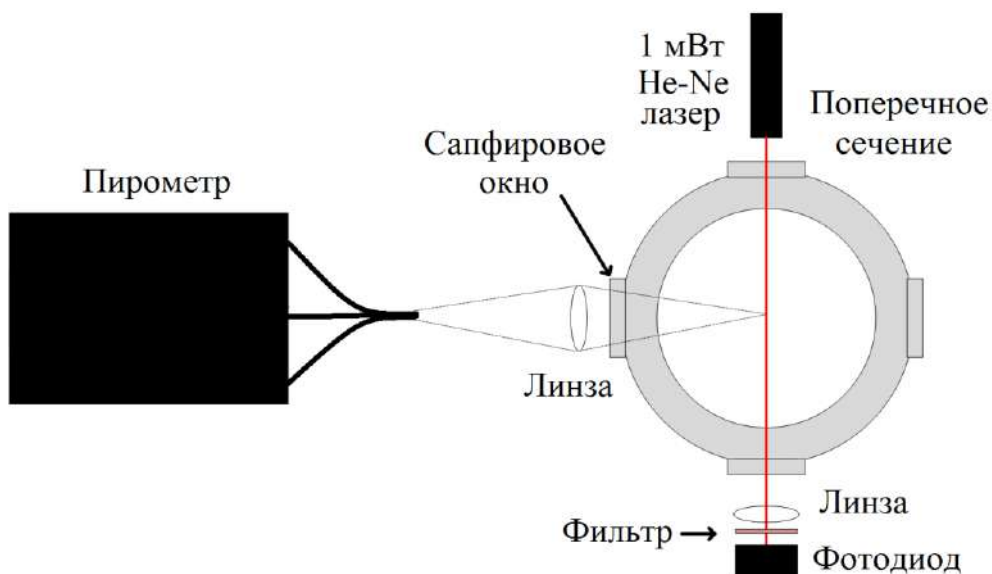


Рис. 1.9. Схема установки измерения коэффициента излучения в гетерогенной ударной трубке [42]

Установка для измерения коэффициента излучения показана на рис. 1.9. Калибровка выполнялась аналогично измерениям пирометром с вольфрамовой лампой при 3200 К. Особое внимание уделялось диффузии с помощью инверторного диффузора, который во время калибровки создавал нарушение интенсивности внутри ударной трубки. Этот метод уменьшал зависимость калибровки от положения и направления источника.

### 1.5.6. Лазерный нагрев

Во время лазерного нагрева короткий лазерный импульс нагревает наночастицы в виде аэрозоля с объемом образца, и результирующее накаливание контролируется. Теплообмен частиц может быть смоделирован, и с известным коэффициентом аккомодации можно определить размер частиц и

объемную долю. И наоборот, если коэффициент аккомодации неизвестен, но распределение частиц по размерам известно, метод можно использовать для измерения коэффициента аккомодации. Использование лазерного накаливания с разрешением во времени на хорошо охарактеризованном образце частиц является наиболее распространенным экспериментальным способом измерения коэффициента поглощения энергии [44, 45].

### **1.5.7. Лазерное инициирование**

Лазерное инициирование – это использование высокоэнергетических лазеров для зажигания энергетических материалов. Система инициирования, основанная на технологии управления лазерным инициированием, имеет следующие преимущества: простая точечная передача тепла; высокая надежность и безопасность; хорошие характеристики при длительном хранении; гибкое распределение источника зажигания; высокая стабильность инициирования. Именно эти уникальные преимущества делают технологию управления лазерным инициированием очень ценной. Благодаря уникальным характеристикам, обеспечивающим высокую безопасность, таким как нормированная энергия и устойчивость электромагнитным помехам, лазерное зажигание имеет важное значение в военной, авиационной и аэрокосмической областях.

По сравнению с обычными методами инициирования, лазерные системы инициирования имеют следующие преимущества:

1. Заменяют электрод и подводящий провод на оптическое волокно, чтобы избежать ложное воспламенение, вызванное сигналами помех, такими как электромагнитная микроволновая печь высокой мощности, сильная радиочастота и статическое электричество. Отсутствие коррозии электрода, сопротивления после возгорания и сопротивления изоляции.

2. Легко реализует многоточечную синхронную детонацию и может использоваться повторно.

3. Детонация взрывчатых веществ может быть реализована с помощью

технологии лазерной детонации: поскольку чувствительный агент воспламенения удаляется из системы лазерного зажигания, он безопаснее при производстве, транспортировке и обслуживании.

В середине 1980-х годов, благодаря миниатюризации лазеров, появлению и применению лазерных диодов и оптических волокон с низкими потерями, была разработана технология лазерного инициирования.

К настоящему времени разработаны следующие основные модели лазерного инициирования: фотоэлектрическая модель гибридного инициирования; модель инициирования с использованием лазерного диода; модель лазерного прямого инициирования; модель ударного инициирования с лазерным приводом.

Оптико-электрическая технология гибридного инициирования была разработана в 1980-х годах благодаря идее преобразования энергии света в электрическую и разряда конденсатора для детонации детонатора под действием оптического управляющего сигнала [46]. Технология инициирования с применением лазерного диода использует световой импульс, излучаемый лазерным диодом, который проходит по оптическому волокну к взрывчатому веществу, и после определенного периода накопления тепла происходит воспламенение взрывчатого вещества. Хотя выходная энергия лазерного диода относительно мала, ее достаточно для зажигания оружия и пиротехники из-за небольшого устройства инициирования.

Прямое лазерное инициирование – это использование света (лазерного излучения) для воздействия непосредственно на слой оксидной пленки, которая испаряется, образуя плазму, и воспламеняется [47, 48]. Следовательно, время действия короткое, а плотность мощности, необходимая для зажигания, достаточно большая и составляет около ГВт/см<sup>2</sup>. Главным образом проблемой таких устройств является сложность эксплуатации и невозможность миниатюризации компонентов системы, а также вероятность повреждения оптических волокон при их использовании для транспортировки лазерного излучения [47].

### 1.5.8. Скоростная видеорегистрация

Скоростная видеорегистрация – это метод быстрой записи изображений, впервые появившийся в 1970-х годах. Эта технология сочетает в себе ряд технологий, таких как оптическая, механическая, фотоэлектрическая и компьютерная. Скорость съемки может достигать  $10^6$  кадров в секунду, что в основном используется для записи определенного мгновенного состояния или всего ощущения во время скоростного движения или изменения. Поскольку технология скоростной камеры обладает преимуществами (высокая точность, скорость и большой объем регистрируемых данных), она может непосредственно измерять и получать большой объем точной пространственно-временной информации, которая предоставляет важные данные для изучения явления скоростного движения и закона движения. В настоящее время скоростная видеорегистрация широко применяется в области исследования жидкостей, процессов горения, в авиации и автомобилестроении, механической обработке и т. д.

До появления цифровых видеокамер единственным носителем записей являлась фото пленка. С развитием электронных и компьютерных технологий появились новые сенсоры и технологии хранения больших объемов данных, а также появились новые технологии скоростных камер на основе полупроводниковых CCD- или CMOS-технологий. Основной принцип скоростной камеры – преобразовать аналоговый сигнал в цифровое изображение посредством сенсора, затем сохранить его и отобразить на дисплее компьютера. После завершения записи его можно воспроизводить с медленной скоростью, удобной для анализа. Преимуществами этой технологии являются высокое разрешение, четкое изображение, низкое энергопотребление, простота в эксплуатации.

В области исследования процессов горения аппаратура скоростной регистрации, в том числе скоростной видеосъемки, получила наибольшее распространение для регистрации турбулентного пламени, выбросов продуктов сгорания, распространения волны горения, физических изменений

материалов в процессе горения. Из-за высокой скорости этих процессов скоростная регистрация позволяет зарегистрировать более детальную информацию, чем наблюдение невооруженным глазом или обычное фотографирование.

В работе [49] авторы спроектировали трубку для распространения волны детонация. С помощью скоростной камеры были зарегистрированы изображения распределения фронта горения, которые показаны на рис. 1.10, и исследована волна детонации при разном давлении в трубке. Для исследования инициирования и горения алюминиевого твердого топлива в работе [50] также использовалась скоростная камера для записи процесса горения образца и получения изображения пламени (рис. 1.11). По анализу изображений авторы определяли стадии горения образцов и наблюдали разлет частиц в процессе горения.

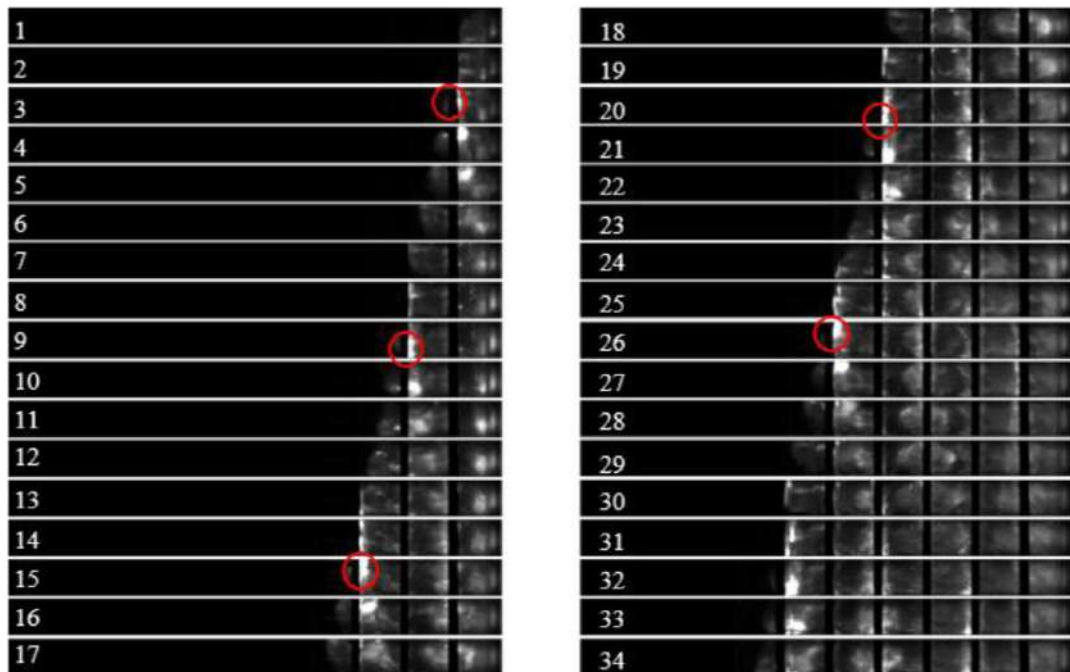


Рис. 1.10. Скоростная регистрация распространения фронта детонации [49]

Высокотемпературные процессы, как правило, сопровождаются интенсивным собственным свечением в широкой области спектра. Запись в собственном свете представляется собой метод исследования, позволяющий понять возникновение и распространение пламени. Однако пламя оказывает

экранирующее действие и не позволяет наблюдать поверхность горящего образца. Поэтому кроме регистрации собственного свечения образца для исследования процесса горения используется лазерное излучение в качестве источника подсветки. С помощью лазерной подсветки принимающее устройство записывает только свет с узкой длиной волны и не записывает широкополосное собственное излучение.

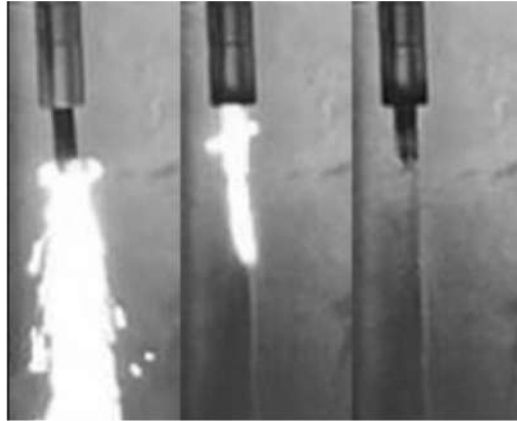


Рис. 1.11. Пламя при горении твердого топлива [50]

В работе [51] авторы исследовали горение частиц алюминия в факеле твердого топлива с использованием лазерной подсветки. С помощью оптических компонентов лазерное излучение расширялось и освещало часть горящего образца и пространство разлета сгоревших продуктов. На рис. 1.12 показана схема освещения в эксперименте. По анализу полученных изображений можно исследовать пролетающие алюминиевые частицы и наблюдать форму сгоревших продуктов на поверхности образца.

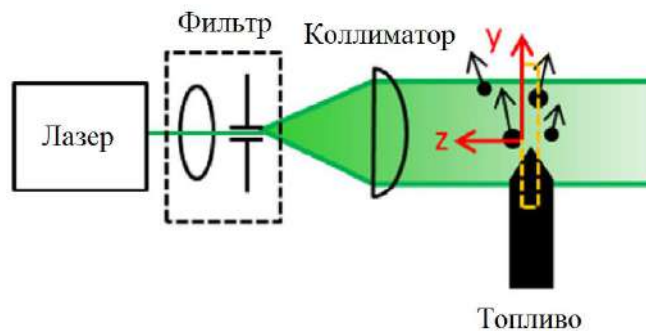


Рис. 1.12. Схема наблюдения горения с использованием лазерной подсветки [51]

С помощью лазерной подсветки исследовалось формирование факела и разлета наночастиц при взаимодействии мощного излучения иттербиевого лазера с поверхностью мишени из  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  [52]. Также в работе [52] приводятся результаты наблюдения поверхности крупнодисперсной смеси  $\text{Ni-Al}$  во время горения с использованием лазерной подсветки. В работе использовалась подсветка лазером на парах бромида меди.

Следует отметить, что анализ средней яркости свечения горящего образца может использоваться для характеристики изменения образца в процессе горения. Использование фотодиодов дает возможность получения информации об изменении интенсивности излучаемого света. Путем анализа сигнала интенсивности можно получить количественные параметры горения. Например, по регистрации света оптическими зондами и фотодиодами можно оценить стабильность горения [53]. Путем обработки сигналов интенсивности пройденного лазерного излучения, зарегистрированных матрицей фотодиодов, авторы работы [54] реализовали томографию для наблюдения структуры пламени горения. Благодаря малому времени отклика фотодиода, он также применялся для регистрации момента возникновения горения после инициирования [55].

При исследовании процесса горения порошка алюминия, интенсивность свечения горения также используется, чтобы определить стадии процесса. В работе [56] использовался разный вес образцов (25 и 10 мг) для исследования и регистрации свечения горения. На рис. 1.13 представлен сигнал фотодиода, которым регистрировалось излучение пламени во времени. Путем анализа данных возможно определить временные параметры горения.

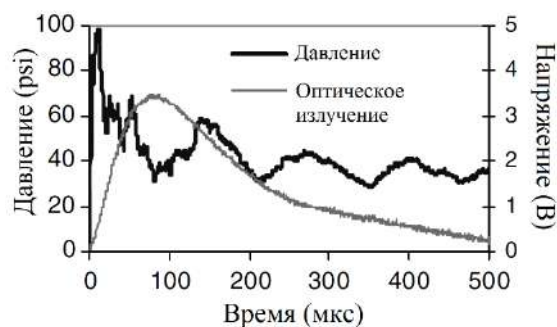


Рис. 1.13. Зависимость яркости свечения горящего образца от времени [56]



## 1.6. Лазерный монитор в задачах диагностики высокотемпературных процессов

### 1.6.1. Лазерный проекционный микроскоп и лазерный монитор

Первой активной оптической системой с усилителем яркости на основе паров металлов был лазерный проекционный микроскоп [57]. Схема лазерного проекционного микроскопа показана на рис. 1.14. Активная среда на парах металла (меди), которая отвечает требованиям к усилителям яркости [58], выполняет две функции. Во-первых, усиленное спонтанное излучение активной среды освещает объект наблюдения. Во-вторых, активная среда усиливает излучение, отраженное объектом наблюдения, в узком спектральном диапазоне. Это излучение несет информацию о поверхности объекта и проецируется на экран. Работоспособность системы, предложенной в работе [57], была продемонстрирована путем наблюдения штрихов микрометра, расположенных на расстоянии 10 мкм.

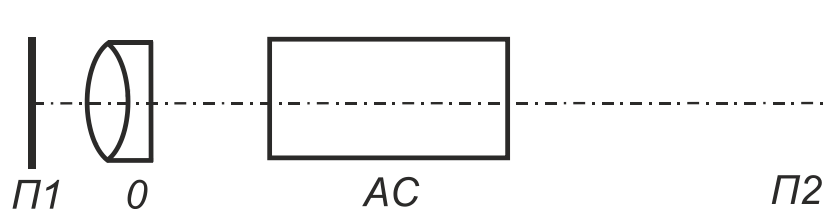


Рис. 1.14. Экспериментальная схема лазерного проекционного микроскопа [56]: *П1* – плоскость предмета (объекта наблюдения); *П2* – плоскость изображения (экран); *АС* – активная среда с большим усилением; *О* – объектив

Качество получаемых изображений с использованием лазерного проекционного микроскопа зависит от параметров активной среды в усилителе яркости. В работе [58] показано, что лазерный проекционный микроскоп с усилителем яркости обладает рядом особенностей, не свойственных обычным оптическим системам, и сформулированы требования к активной среде усилителя яркости. Отмечается важное качество систем с усилением яркости, которое заключается в том, что мощность выходного пучка усилителя яркости мало чувствительна к освещенности на объекте и к другим параметрам, которые обычно определяют светосилу оптической системы. Так

как среда работает в режиме значительного насыщения, общая яркость объектов с различным отражением (темных и светлых) отличается значительно меньше, чем в обычном оптическом микроскопе.

В работах [59–61] показана возможность использования лазеров на парах галогенидов меди в качестве активных сред для лазерного проекционного микроскопа. Изображения контрольных объектов с использованием лазерного проекционного микроскопа на основе активной среды на парах бромида меди, впервые полученные в работе [61], представлены на рис. 1.15.

Активные среды лазеров на парах галогенидов меди являются перспективными и привлекательными для применения в активных оптических системах с усилением яркости, т. к. имеют низкую рабочую температуру по сравнению с лазером на парах меди. Характеристики лазеров на парах галогенидов металлов в сравнении с лазерами на парах металлов без добавок и лазерами на парах металлов с улучшенной кинетикой рассмотрены детально в работах [62, 63].

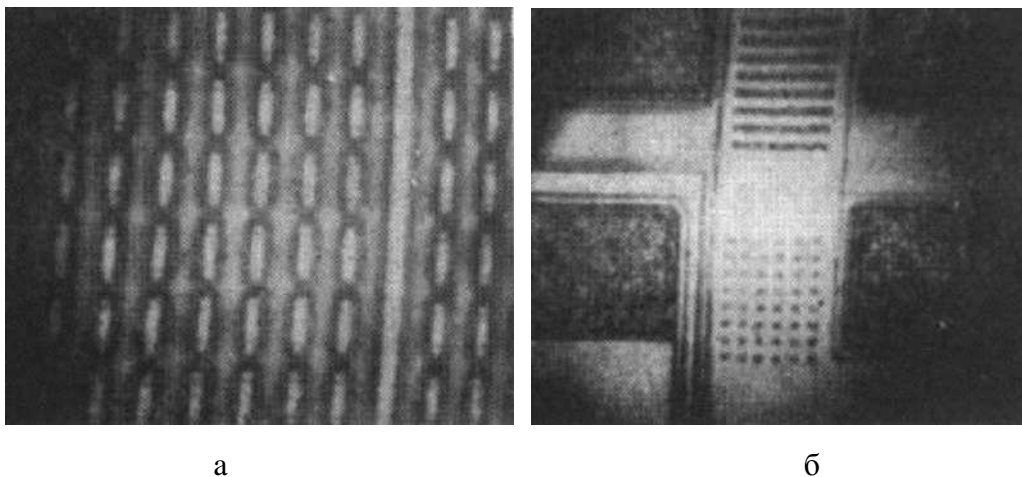


Рис. 1.15. Изображения контрольных объектов: поверхность CD-диска (а) и внутренняя структура интегральной микросхемы (б) [61]

Высокая спектральная яркость активной среды на парах бромида меди дает возможность наблюдения предметов и процессов, которые блокируются интенсивной фоновой засветкой. В работах [64, 65] показана, что излучение лазера на парах меди с длинами волн 510,6 и 578,2 нм может проникать через

плазменный слой газового разряда в воздухе и формировать изображение объекта. Визуализация в работах [64, 65] осуществлялась с использованием традиционной схемы лазерного проекционного микроскопа. В работе [64] лазерный проекционный микроскоп для наблюдения объектов, экранированных интенсивной фоновой засветкой, приобрел функцию «лазерного монитора». В последующих работах [66, 67] авторы продолжили изучение дугового разряда с использованием лазерного монитора. В частности, в работе [67] была применена цифровая камера для записи изображений. На рис. 1.16 представлена схема лазерного монитора с активной средой на парах меди, использованная в работе [67] для визуализации и исследования электродов при горении дугового разряда.

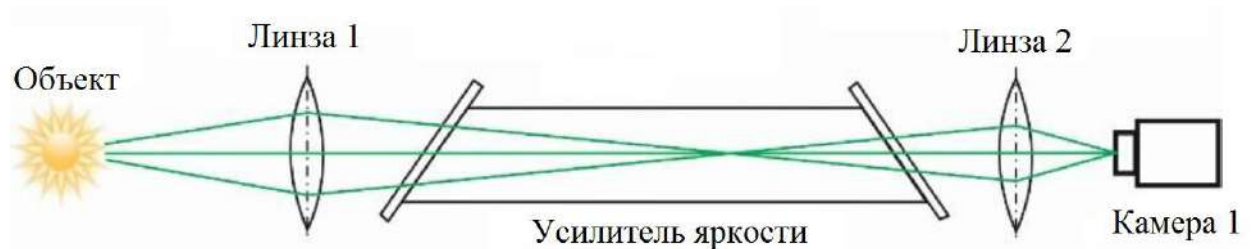


Рис. 1.16. Оптическая схема лазерного монитора с цифровой камерой и активной средой на парах меди [66]

### 1.6.2. Лазерный монитор на парах бромида меди для наблюдения высокотемпературных процессов

Впервые активная среда на парах бромида меди использовалась в качестве усиливающей среды для получения увеличенных изображений реальных объектов исследования на больших экранах в работе [61]. Угольная дуга постоянного тока являлась одним из первых объектов, наблюдаемых с помощью лазерного монитора [64]. Первыми работами, в которых наблюдались газовые разряды и высокотемпературное горение с использованием лазерного монитора на парах бромида меди, являются работы [68–70], результаты которых рассмотрены в этом разделе.

На рис. 1.17 приведены экспериментальная схема и результаты визуализации дуги постоянного тока с использованием лазерного монитора

[68, 70]. В представленной схеме расстояние между электродами составляло 4 мм, диаметр графитовых электродов – 5 мм, а расстояние от дуги до объекта – 30 мм. В воздухе зажигалась дуга, а также подавался поток аргона, что увеличивало температуру горения и, соответственно, яркость фонового излучения. Яркостная температура горения дуги в воздухе – около 3500 К; в случае атмосферы аргона она составляет около 5000 К. Как видно на рис. 1.17, при этих температурах объект не блокируется широкополосным фоновым излучением и наличие дуги не влияет на качество изображений, получаемых с помощью лазерного монитора. В работе [68] была проведена теоретическая оценка температуры светящейся плазмы, при которой она остается прозрачной при наблюдении через нее лазерным монитором. Исследование на худший случай показало, что плазменный столб остается прозрачным для излучения лазерного монитора до температуры  $\sim 20000$  К.

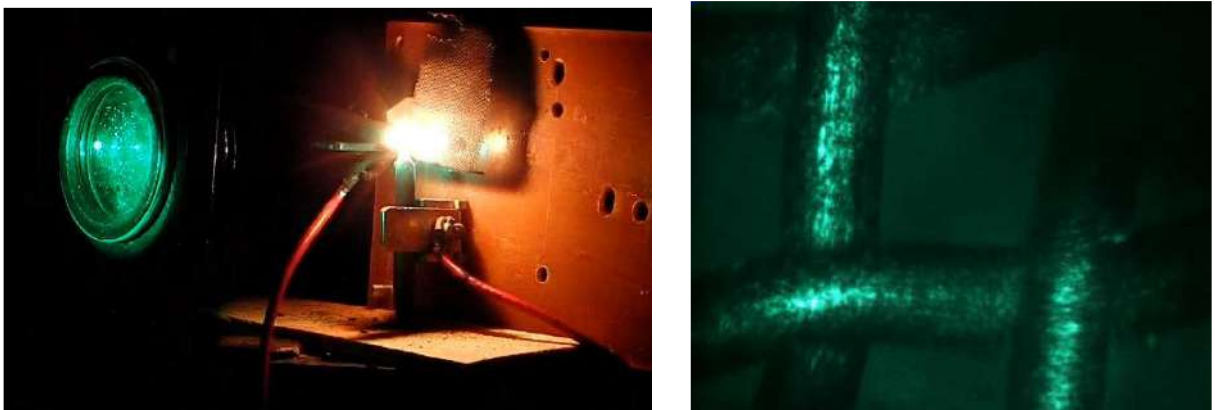


Рис. 1.17. Визуализация угольной дуги с помощью лазерного монитора [70]

Коронные разряды в атмосфере оказывают существенное влияние на жизнь организмов и представляют значительный научный и практический интерес. Исследования атмосферных разрядов очень сложны, дороги и опасны. Поэтому значительное внимание уделяется не только изучению реальных атмосферных разрядов, но и разрядов, имитированных в лабораторных условиях. На рис. 1.18 показан вид лабораторного коронного разряда и изображения, полученные с помощью скоростной визуализации в собственном свете и с помощью лазерного монитора, работающего в проходящем свете. Эти

фотографии выявили некоторые особенности формирования коронного разряда в воздухе [69], а сам эксперимент продемонстрировал возможности лазерного мониторинга в исследовании газовых разрядов.

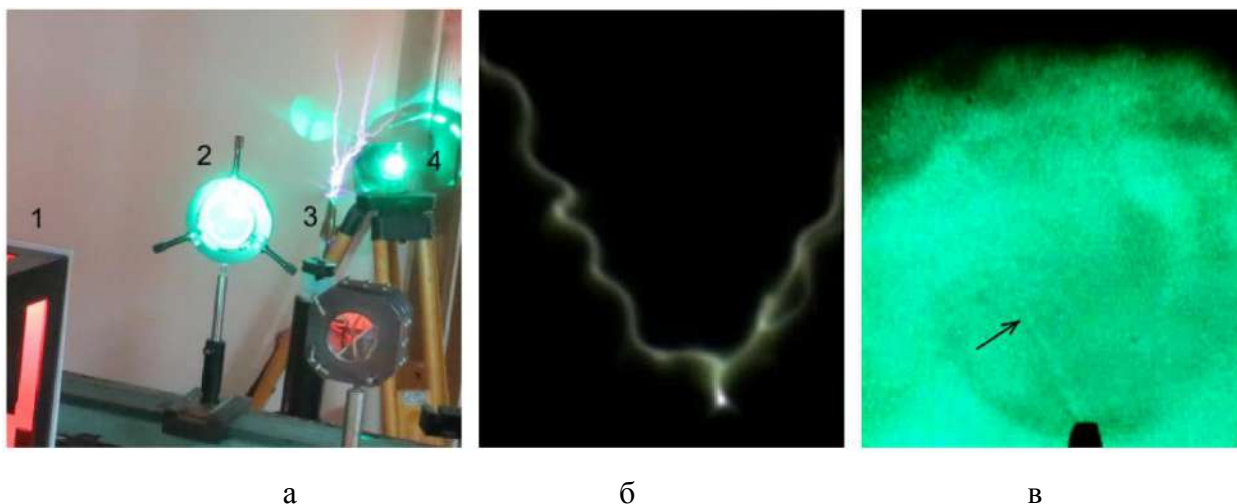


Рис. 1.18. Коронный разряд: схема наблюдения (а), простой скоростной визуализации (б) и визуализации с помощью лазерного монитора (в): 1 – усилитель яркости; 2 – объектив; 3 – разряд; 4 – зеркало [70]

С помощью разработанного прототипа авторами работ [68] наблюдалось взаимодействие лазерного излучения с веществом. Средняя мощность генерации  $\text{CO}_2$ -лазера на длине волны 10,6 мкм составляла 20 Вт. Лазерный луч фокусировался в пятно диаметром 1 мм с плотностью мощности около  $2 \text{ кВт/см}^2$ . Процесс взаимодействия сопровождался интенсивным фоновым излучением в широкой области спектра с яркостной температурой около 3600 К. Результаты визуализации процесса показаны на рис. 1.19. Как видно, фоновое освещение не влияет на качество изображения. Можно наблюдать изменения, которые происходят в зоне взаимодействия: образование жидкой фазы (б, в) и растрескивание под действием температуры (г).

В следующей серии экспериментов авторы [68] наблюдали объекты, которые сами являлись источниками фонового излучения, а именно горение различных смесей порошков при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе (СВС). Процесс СВС позволяет экономично производить композитные материалы, которые могут быть использованы в качестве огнеупорных кирпичей, фильтров и т. п. [71]. Подобные процессы

позволяют получать изделия необходимой формы и обеспечивать прочное соединение компонентов. Авторы наблюдали горение различных крупнодисперсных порошковых смесей с различной скоростью процесса, температурой и характером структурообразования. На рис. 1.20 показана визуализация горения смеси  $\text{FeTiO}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Si} + \text{Al} + \text{C}$  (саянская) в разные моменты времени. Средняя температура сгорания данной смеси составляет около 2200 К. Размер области наблюдения –  $5 \times 5$  мм.

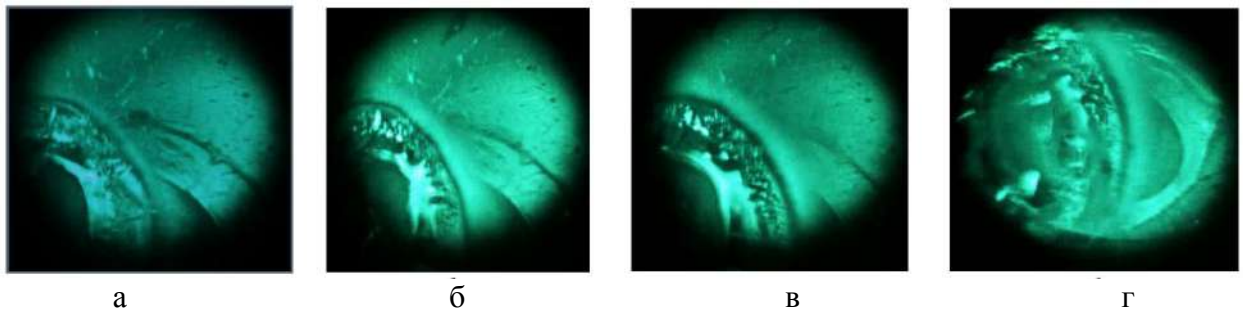


Рис. 1.19. Процесс взаимодействия лазерного луча  $\text{CO}_2$  с поверхностью стекла: а – начало; г – конец. Полное время взаимодействия – 2 с. Поле зрения –  $2 \times 2$  мм [68]

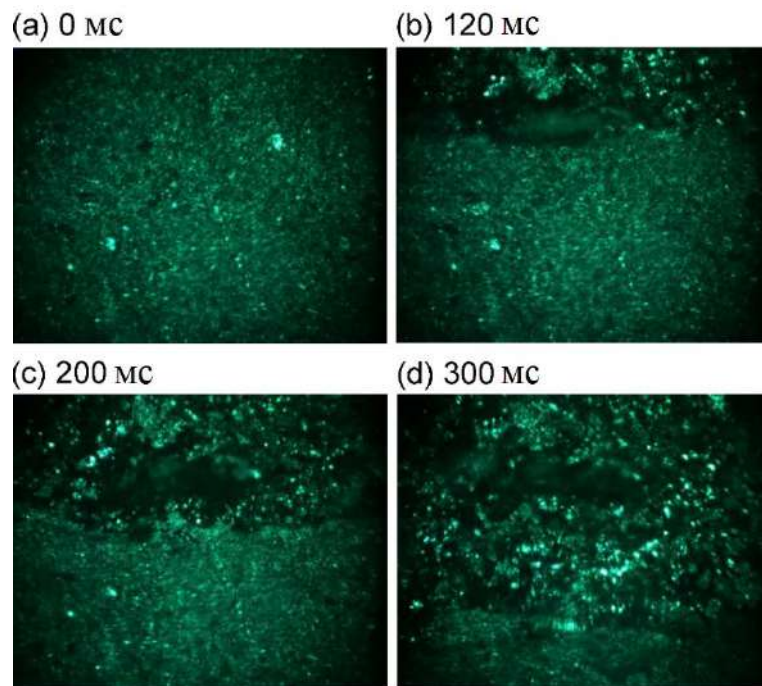


Рис. 1.20. Процесс горения смеси «саянская» (фильтровая смесь) [68]

Полученные изображения позволили определить скорость процесса СВС, измеряя визуальный сдвиг границы фронта горения. Полученное значение 2,22 мм/с соответствует данным, представленным в [71], где скорость

составляла 2,3 мм/с. Это демонстрирует высокую точность метода лазерного мониторинга даже при использовании ручной обработки изображений.

### **1.7. Лазерная спекл-визуализация**

Прогресс в области оптоэлектронных технологий, скоростной видеозаписи и компьютерной обработки изображений способствовали повышению интереса к применению лазерной спекл-визуализации для исследования явлений и процессов в промышленности и медицине. Развитие получил новый метод для измерения и наблюдения физических изменений объекта на основе сравнения спекл-изображений в ходе процесса. В начале 1980-х годов учеными из Японии и США, Yamaguchi [72], Peters и Ranson [73] был представлен метод корреляции цифровых спекл-изображений, который дал начало новому методу измерений с использованием спекл-изображений. Первоначально метод использовался для распознавания корреляции спекл-изображений до и после деформации, чтобы измерить смещение и деформацию объекта.

Цифровое спекл-изображение представляет собой метод бесконтактной оптической визуализации в полном поле, который включает информацию из случайно распределенных пятен. Эти случайно распределенные пятна можно получить искусственным образом или за счет интерференции, которая возникает от когерентного источника света, в частности лазерного излучения. Это явление интерференции может быть сформировано на поверхности объекта с помощью оптических объективов. Метод корреляции цифровых спекл-изображений – это один из методов измерения изображений с использованием компьютерных технологий, сочетает в себе современные технологии цифровой обработки изображений и технологии фотометрии. Он имеет простую оптическую схему, может использовать белый свет в качестве источника света, меньше подвержен влиянию внешних факторов и требует меньших условий виброизоляции и т. д.

### 1.7.1. Явление лазерных спеклов

Явление лазерных спеклов достаточно широко распространено в задачах оптической визуализации. Из-за высокой степени когерентности лазера явление лазерных спеклов является более выраженным по сравнению с источником широкополосного излучения. Первоначально ученые искали способ избавиться от возникновения спеклов. Однако в ходе исследований было обнаружено, что спекл несет информацию о пучке света и объекте, через который проходит этот пучок. Впоследствии это открытие дало начало ряду применениям спекл-визуализации. Например, применение спеклов для измерения шероховатости поверхности объекта, для измерения скорости движения объекта, амплитуды вибраций и др.

Когда лазерное излучение отражается от поверхности шероховатого объекта или проникает через прозрачный объект, на освещаемой поверхности и в ближнем пространстве можно видеть нерегулярные распределенные яркие и темные пятна. Это является лазерным спеклом. Объединение и наложение этих лазерных спеклов формируют лазерные спекл-изображения. Цифровое лазерное спекл-изображение получается с использованием цифровой камеры, установленной для регистрации лазерных спеклов. Типичное спекл-изображение, полученное с использованием красного He-Ne- лазера, показано на рис. 1.21.

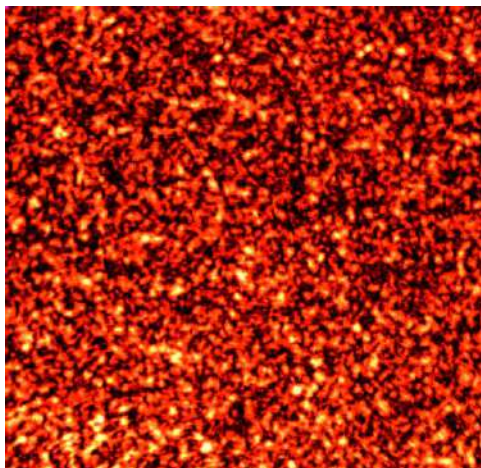


Рис. 1.21. Цифровое лазерное спекл-изображение



На рис. 1.22 представлена схема для объяснения процесса формирования лазерного спекла. Когда лазер освещает шероховатую поверхность, свет рассеивается в каждой точке поверхности. Поэтому рассеянный свет от различных точек на объекте может приниматься во всех точках пространства. Амплитуда и фаза когерентного света различны, и их распределение нерегулярно. Комплексные амплитуды основных световых волн от элементов небольшой площади на шероховатой поверхности накладываются друг на друга, образуя определенное статистическое распределение. Из-за достаточно большого рассеяния прозрачного объекта контраст лазерного спекла является высоким, и размер спекла определяется в соответствии с характером оптического пути. Поле спекла можно подразделить на два типа по оптическому пути: формируемое путем распространения в свободном пространстве (также называемый объективным спеклом) и путем формирования линз (также называемой субъективным спеклом). В этом эксперименте мы изучаем только первый случай.

Например, когда монохроматическое излучение лазера проходит через стеклянную пластину с шероховатой поверхностью, на определенном расстоянии можно видеть, что большие и маленькие яркие пятна распределены на почти полном темном фоне в плоскости наблюдения. Если плоскость наблюдения перемещается в направлении оптического пути, размер пятна изменяется. Если изменить площадь пятна лазерного излучения на стеклянной поверхности, размер спекла также изменится. Размер этих спеклов разный, он относится к его статистическому среднему и его изменение можно описать функцией корреляции.

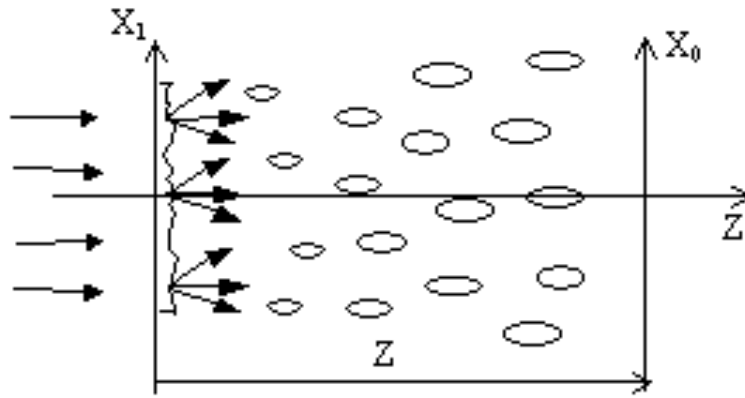


Рис. 1.22. Процесс формирования лазерного спекла

В настоящее время метод лазерной спекл-визуализации продолжает развиваться и находит новые применения. В связи с тем, что обработка спекл-изображений производится на основе компьютерных технологий цифровой обработки изображений, существует ряд методов для обработки спекл-изображений и определения разницы между ними. Но большинство из этих методов обработки спекл-изображений используют анализ временного контраста и пространственного контраста. В данной диссертационной работе для обработки спекл-изображений используется одно статическое выражение для расчета коэффициента корреляции с целью определения сходства и различия спекл-изображений.

### **1.7.2. Применение лазерной спекл-визуализации в задачах неразрушающего контроля и диагностики**

После выхода метода спекл-визуализации на промышленный уровень он начал применяться в сфере неразрушающего контроля для определения изменения объектов. Например, в 80-х годах метод корреляции цифровых спекл-изображений использовался для измерения перемещений [74]. Поскольку метод требует длительного времени на расчет максимального значения путем расчета всех возможных вариантов, в работах [75] был представлен упрощенный метод нахождения максимального значения коэффициента корреляции, что существенно упрощает метод. После этого последовательно появились другие методы нахождения максимального

значения коэффициента корреляции, которые позволяют увеличить скорость обработки цифровых спекл-изображений. Например, метод нахождения на основе алгоритма Ньютона–Рафсона [76] обрабатывает спекл-изображения в 20 раз быстрее, чем оригинальный метод [77]. Метод нахождения максимума на основе генетического алгоритма [78] позволил увеличить скорость обработки спекл-изображений. Кроме ускорения процесса обработки, важным вопросом является повышение чувствительности и точности обработки [78].

Наиболее распространенным применением технологии спекл-визуализации в промышленной сфере является исследование механических характеристик. Ученые использовали технологию спеклов для исследования механических свойств гибких материалов и мягких тканей [79], композиционных материалов и дерева [80]. Во время исследования процессов механической деструкции технология анализа спеклов применялась для измерения поля деформации при возникновении трещины, измерения смещения трещины и поля деформации у вершины трещины при высокой температуре [81–91]. С внедрением сканирующего электронного микроскопа, сканирующего туннельного электронного микроскопа и атомно-силового микроскопа, технология спекл-визуализация также применяется для микромеханических измерений [92, 93].

Кроме применения в области неразрушающего контроля, спекл-визуализация на основе когерентного излучения находит широкое применение в сфере биологии и медицины. Использование лазерного излучения не только позволяет осуществлять неразрушающий контроль, но и обеспечивает удобство и возможность диагностики. До сих пор в мире темы для исследования биологических объектов с использованием спекл-технологий остаются весьма актуальными. Например, в работах [94–98] представлены несколько методов для исследования характеристик биологических объектов. В работах [99, 100] отмечается, что метод корреляции спекл-изображения представляет возможность измерения времени свертывания крови как одного из важнейших показателей жизнедеятельности организма человека.

## 1.8. Выводы по главе 1

Обзор методов исследования наноматериалов и процессов горения показал, что существующие методы позволяют с высоким разрешением исследовать исходные продукты и продукты сгорания. Для исследования свойств исходных и/или конечных продуктов наиболее широко применяются просвечивающая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, термография, калориметрия. Инструментарий для исследования динамики процессов на сегодня достаточно ограниченный. Для исследования пламени применяется спектроскопия, пирометрия, регистрация яркости свечения фотодиодами, скоростная видеорегистрация. Изменение фазового состава веществ при горении оценивается с помощью синхротронной спектроскопии. Известны работы по применению лазерной подсветки для исследования факела. При этом практически отсутствуют оборудование и методики для исследования поверхности горящего образца.

С недавнего времени оптические системы с усилением яркости, лазерные мониторы начали применяться для исследования процессов в плазме разрядов и высокотемпературного горения (СВС), сопровождающихся интенсивным фоновым излучением. Активные среды лазеров на парах галогенидов меди, в частности на парах бромида меди, являются перспективными и привлекательными для применения в активных оптических системах с усилением яркости, т. к. имеют низкую рабочую температуру по сравнению с лазерами и усилителями яркости на парах меди без добавок.

Так как среда усилителя яркости на парах меди или бромида меди работает в режиме значительного насыщения, общая яркость объектов с различным отражением (темных и светлых) отличается значительно меньше, чем в обычном оптическом микроскопе. Это делает возможным наблюдение с микроскопическим увеличением объектов с малым коэффициентом отражения, таких как нанопорошки металлов.

Первыми работами, в которых визуализировались газовые разряды и высокотемпературное горение с использованием лазерного монитора на парах

бромиды меди, являются работы коллектива под руководством профессора ТПУ Г.С. Евтушенко [68–70]. Результаты этих работ позволили нам полагать, что применение лазерных мониторов на парах бромида меди будет перспективным для исследования поверхности нанопорошков и определения характеристик горения, таких как скорость распространения фронта горения по поверхности образца, форма фронта и равномерность распространения, временные параметры стадий горения. Кроме того, интерес представляет наблюдение изменения морфологии поверхности образца при горении, в частности агломерации частиц.

Явление лазерных спеклов достаточно широко распространено в задачах оптической визуализации в неразрушающем контроле и медицинской диагностике. Метод корреляции цифровых спекл-изображений привлекает своей относительной простотой реализации и высокой точностью определения перемещений и временных характеристик. Однако этот метод до настоящего времени не нашел применения для исследования процессов высокотемпературного горения. Подобно лазерной подсветке и лазерному монитору, влияние высокой температуры и интенсивной фоновой засветки может быть сведено к минимуму при использовании узкополосной фильтрации. Мы предполагаем, что с помощью метода корреляции цифровых спекл-изображений возможно определение временных параметров горения, связанных не только с изменением оптических свойств нанопорошка и морфологии поверхности, но и с незначительными поверхностными эффектами, которые сложно или невозможно зарегистрировать другими методами.

## **ГЛАВА 2. Аппаратно-программный лазерный комплекс для исследования параметров высокотемпературного горения**

Динамика процессов обычно оценивается по анализу записанных в течение некоторого времени данных об изменении физических или химических свойств. Для регистрации изменения физических свойств, в частности оптических, требуется соответствующая оптическая схема и аппаратура. Изменение оптических свойств объекта может происходить в результате изменения других свойств, в частности механических. Например, при изменении шероховатости происходит изменение интенсивности отраженного света. Изменению поглощения прозрачной жидкости соответствует изменение интенсивности пройденного через жидкость света. В случаях, когда объект сам является источником видимого света или других излучений, изменение спектра или яркости свечения объекта зависит от процессов, происходящих в объекте исследования.

Источник света является основой оптической системы. Стабильность его мощности излучения, равномерность профиля, длины волны излучения и других характеристик могут ограничить функциональные возможности оптической системы и сказаться на точности измерений. Лазер как источник монохроматического света имеет много уникальных преимуществ в сфере экспериментальной физики и измерений.

Для исследования высокотемпературных процессов горения в данной диссертационной работе используются различные методы визуализации и предлагаются соответствующие схемы для оценки параметров процессов.

### **2.1. Скоростная видеорегистрация горения нанопорошков**

Технология скоростной видеорегистрации широко применяется для наблюдения и исследования быстропротекающих процессов, которые имеют место в быту, на предприятии и в лаборатории. Эти технологии позволяют воспроизводить зарегистрированный процесс в более медленном масштабе

времени и на основе этого воспроизведения исследовать физические изменения объекта в ходе процесса. Поскольку процесс горения нанопорошков алюминия, железа и их смесей является быстропротекающим, необходимо применение скоростной видеокамеры. В ходе выполнения диссертационной работы использовались три скоростные цифровые камеры: HiSpec Fastec 1, Photron Fastcam SA1, и Phantom Miro C110. В табл. 2.1 приведены их основные параметры.

Таблица 2.1. Характеристики цифровых камер

Название камеры	HiSpec Fastec 1	Photron Fastcam SA1	Phantom Miro C110
Максимальная частота съемки, кадров/с	112000	675000	29840
Размер пикселя, мкм	14 × 14	20 × 20	5,6 × 5,6
Максимальное разрешение при частоте съемки 1000 кадров в секунду, пиксель	814 × 814	1024 × 1024	1280 × 720
Объем памяти, Гб	2	8	8
Ориентировочное время записи, мин	26	20	15
Минимальное время экспозиции, мкс	2,0	1,0	5,0

Для исследования изменения образцов нанопорошка алюминия и железа в процессе горения использовалась скоростная камера HiSpec Fastec 1. Схема скоростной видеозаписи процесса горения в собственном свете приведена на рис. 2.1. Используемая камера имеет внутреннюю память кадров 2 Гб и характеризуется доступным минимальным временем экспозиции 2 мкс. Максимальная скорость записи, использованная в исследовании, составляла 1200 кадров в секунду. В этой схеме мы использовали нейтральный светофильтр для ослабления яркости свечения. Изображение формировалось объективом Navitar DO-5095 (50-мм с ручной фокусировкой), установленным непосредственно на камеру.

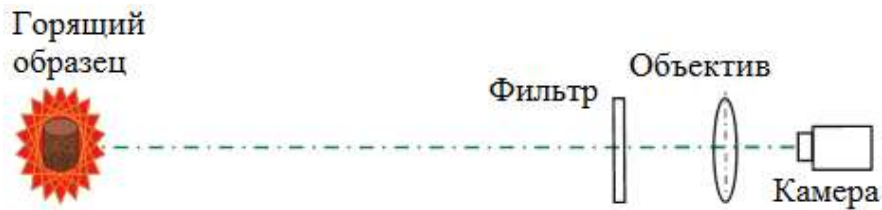


Рис. 2.1. Схема регистрации горения нанопорошка металла в собственном свете

Кроме исследования процесса горения нанопорошков металлов при обычных условиях инициирования (спичка или газовая горелка), интересным является исследование процесса лазерного инициирования, в том числе инициирования в разных частях образца. Поэтому мы модифицировали схему на рис. 2.1 и на основе этой схемы синхронизовали включение скоростной записи с началом инициирования (открытием механического затвора).

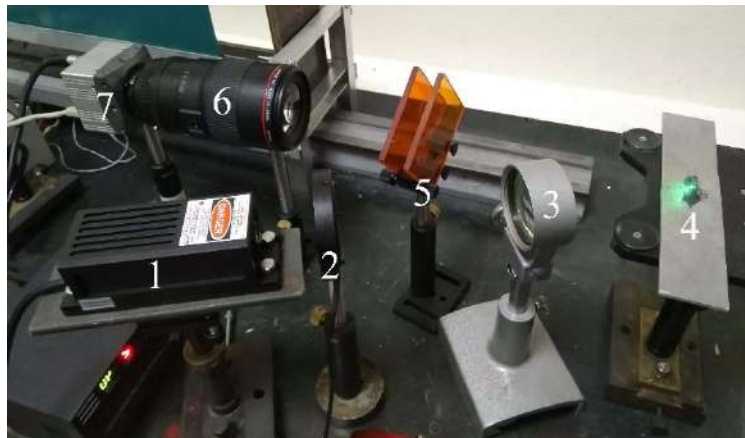


Рис. 2.2. Схема скоростной видеозаписи горения нанопорошка металла в собственном свете с лазерным инициированием: 1 – инициирующий лазер; 2 – механический затвор; 3 – линза; 4 – образец; 5 – полосовой фильтр; 6 – объектив; 7 – камера

На рис. 2.2 представлена схема для регистрации горения в собственном свете с лазерным инициированием. Так же как и в схеме на рис. 2.1, в схеме на рис. 2.2 использовалось излучение DPSS-лазера с длиной волны 532 нм для инициирования образца нанопорошка. Лазерный луч со средней выходной мощностью 200 мВт фокусировался на образце. Путем открытия/закрытия механического затвора регулировались момент начала воздействия и продолжительность воздействия лазерного излучения на образец. Линза с фокусным расстоянием 94 мм применялась для фокусировки излучения.



Полосовой фильтр, установленный перед объективом, обеспечивал регистрацию изображений в оранжево-красной области спектра для исключения засветки камеры относительно мощным иницирующим излучением. Синхронизация камеры и оптического затвора осуществлялась путем формирования сигналов управления, которые представлены на рис. 2.3.

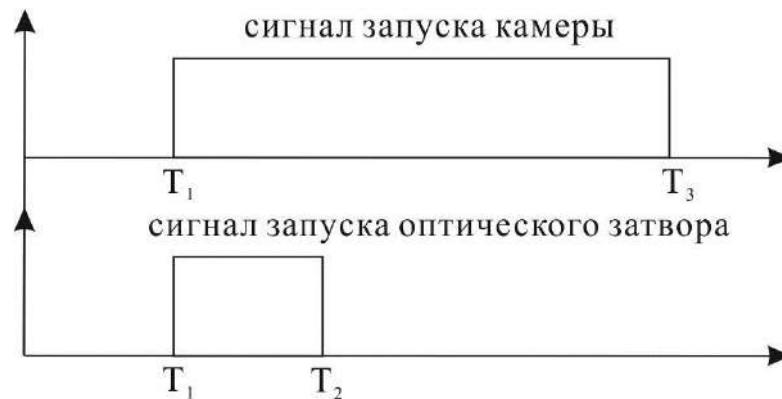


Рис. 2.3. Диаграммы сигнала запуска регистрации камеры и открытия оптического затвора

На момент  $T_1$  все сигналы инвертировались, чтобы одновременно запустить регистрацию камеры и открыть оптический затвор. До момента  $T_2$  оптический затвор закрыт, чтобы избежать длительное воздействие энергии иницирующего лазерного излучения на объект. В момент  $T_3$  процесс регистрации камеры завершится.

## 2.2. Оптическая система на основе усилителя яркости

Активные среды на парах металлов имеют уникальные характеристики, такие как большой коэффициент усиления за один проход, высокая частота следования импульсов, работа в видимой области спектра, высокая средняя мощность и способность контролировать параметры лазерного излучения [101–107]. Это делает эти среды подходящими для использования в качестве усилителей яркости в лазерных проекционных микроскопах и лазерных мониторах [108–114].

Излучающий на двух длинах волн в зеленой (510,6 нм) и желтой (578,2 нм) спектральных областях усилитель яркости на парах меди впервые

использовался для наблюдения электродов угольной дуги и был назван «лазерным монитором» [64–67]. В этом качестве, усилитель яркости только усиливает излучение на длине волны генерации. То есть усилитель яркости может усиливать собственное отраженное спонтанное излучение от поверхности освещаемого объекта. Высокотемпературный объект излучает интенсивное излучение в широкой области спектра, при этом на длине волны генерации усилителя яркости интенсивность собственного излучения объекта ничтожно мала по сравнению с излучением усилителя яркости. Таким образом, путем установки обычного нейтрального светофильтра на выходе усилителя яркости широкополосное излучение объекта, так же как и излучение разряда усилителя яркости, полностью блокируется. Поэтому применение лазерных мониторов позволяет наблюдать горение и визуализировать процессы, протекание которых сопровождается интенсивным фоновым излучением.

### **2.2.1. Конструкция активных элементов, используемых в качестве усилителей яркости**

В данной работе для построения схемы визуализации использовалась конструкция активных элементов на парах бромида меди с независимым нагревом контейнеров с рабочим веществом, активной области газоразрядной трубки (ГРТ) и контейнера с адсорбентом, насыщенным бромоводородом, разработанная в Институте оптики атмосферы СО РАН [115]. ГРТ схематично показана на рис. 2.4.

Активный элемент ГРТ включает в себя: кварцевую трубку с выходными окнами; электроды, заполненные медной стружкой; контейнеры с рабочим веществом ( $\text{CuBr}$ ) и контейнеры с активной добавкой  $\text{HBr}$ ; нагреватели с термостабилизацией. Элемент выполнен из вакуумно-плотной кварцевой трубки, к концу трубки прикреплены кварцевые пластинки, являющиеся выходными окнами. Угол между выходными окнами и оптической осью составляет примерно  $5^\circ$ , чтобы окна не формировали паразитный резонатор. Для возбуждения разряда используются электроды, заполненные медной

стружкой. Для обеспечения требуемой концентрации рабочего вещества и добавки  $\text{HBr}$  в активной зоне контейнеры с рабочим веществом снабжены отдельными нагревателями, температура которых поддерживается с помощью блока управления температурой. Для нагрева активной зоны используется внешний нагреватель, представляющий собой каолиновый кожух с нагревателем и теплоизолятором для активной зоны.

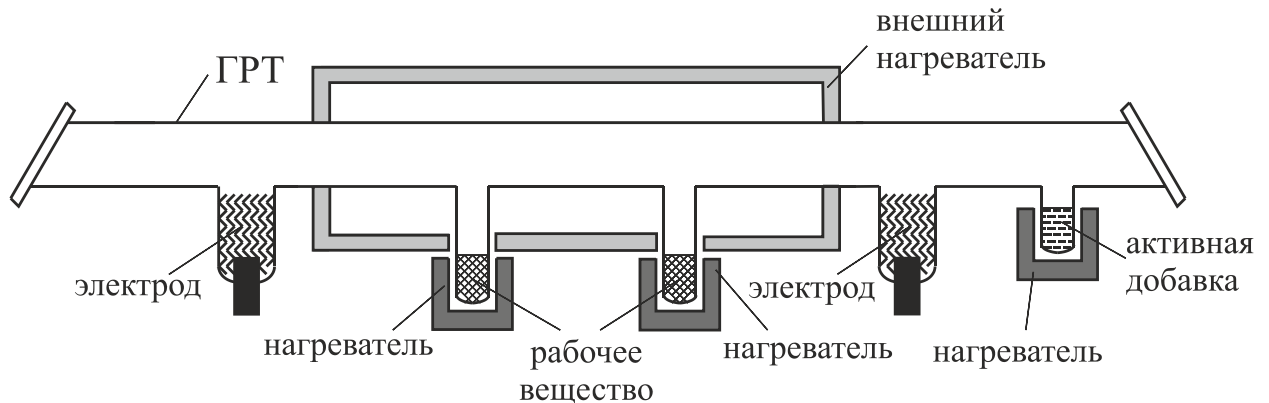


Рис. 2.4. Конструкция активного элемента усилителя яркости на парах бромида меди

### 2.2.2. Схема исследования оптических характеристик усилителей яркости

Оптические характеристики активной среды на парах бромида меди зависят от условий работы активного элемента, таких как концентрация паров рабочего вещества в активном объеме, присутствие активной добавки бромводорода и мощности накачки. Для исследования радиального распределения усиления в активной среде на парах бромида меди от условий работы использовались оптические схемы с двухпроходным усилением. В данной работе мы изучали два усилителя яркости с разным объемом активной среды.

Первый усилитель яркости имел газоразрядную трубку (ГРТ) с длиной активной среды 90 см и внутренним диаметром 5 см. Второй усилитель имел ГРТ со средней длиной усиления 40 см и диаметром 2,5 см. Обе ГРТ имели независимый внешний нагрев усиливающей среды. В этой конструкции ГРТ

пары бромида меди поступают в усиливающую среду при нагревании емкостей с порошком бромида меди. Контейнеры равномерно распределены по длине ГРТ. Введение активной добавки HBr в усиливающую среду осуществляется путем нагрева специального контейнера с цеолитом (генератор HBr), насыщенного бромистым водородом [116, 117]. В первом усилителе яркости нагрев усиливающей среды, емкостей с бромидом меди и генератором бромистого водорода осуществлялся независимо [118–121]. Температура генератора HBr составляла 100 °С, что соответствует ~0,15 Торр активной добавки в усиливающей среде. Накачка активной среды осуществлялась с помощью цепи импульсного заряда накопительного конденсатора (500 пФ) и его прямого разряда с помощью тиратрона (ТГИ1-1000/25). Для положительного влияния добавки HBr на мощность генерации мощность накачки (мощность, потребляемая высоковольтным генератором импульсов от сети) должна превышать определенное пороговое значение, которое составляет приблизительно 1000 Вт для первого усилителя яркости [118]. В данной диссертационной работе мощность накачки превышала пороговое значение и составляла 1220 Вт. В качестве буферного газа использовался неон при давлении 30 Торр. Температура стенки ГРТ поддерживается на постоянном уровне – 730 °С.

Как отмечено в [122], для той же ГРТ наиболее равномерное распределение излучения активной среды соответствует средней мощности выходного излучения, которая на 40–60 % меньше максимально достижимого значения. Для этого режима температура контейнеров с порошком CuBr составляла 515–530 °С без HBr и 475–500 °С с добавкой HBr. Именно эти значения устанавливались в экспериментах. Таким образом, рабочие условия первого усилителя яркости были максимально приближены к рабочим условиям, описанным в [122]. Средняя мощность усиленного спонтанного излучения составляла 1,1 Вт без добавки HBr ( $T_{\text{CuBr}} = 530$  °С) и 2,0 Вт с добавкой HBr ( $T_{\text{CuBr}} = 500$  °С).

Во втором усилителе яркости нагрев усиливающей среды и контейнеров

с бромидом меди осуществлялся с помощью одного нагревателя. Поступление паров рабочего вещества в активную среду осуществлялось за счет диффузии бромида меди. Диффузия имела место при разности температур, которая достигалась за счет разной теплоизоляции. Накачка второй ГРТ осуществлялась схемой с полупроводниковым коммутатором [123]. Блок питания обеспечивал среднюю мощность накачки 600 Вт, что не позволяло работать с добавкой HBr. Средняя мощность усиленного спонтанного излучения составила 0,23 Вт. Достоинством этого усилителя яркости были малые масса и габаритные параметры.

Регистрация профиля излучения проводилась по схеме, представленной на рис. 2.5.

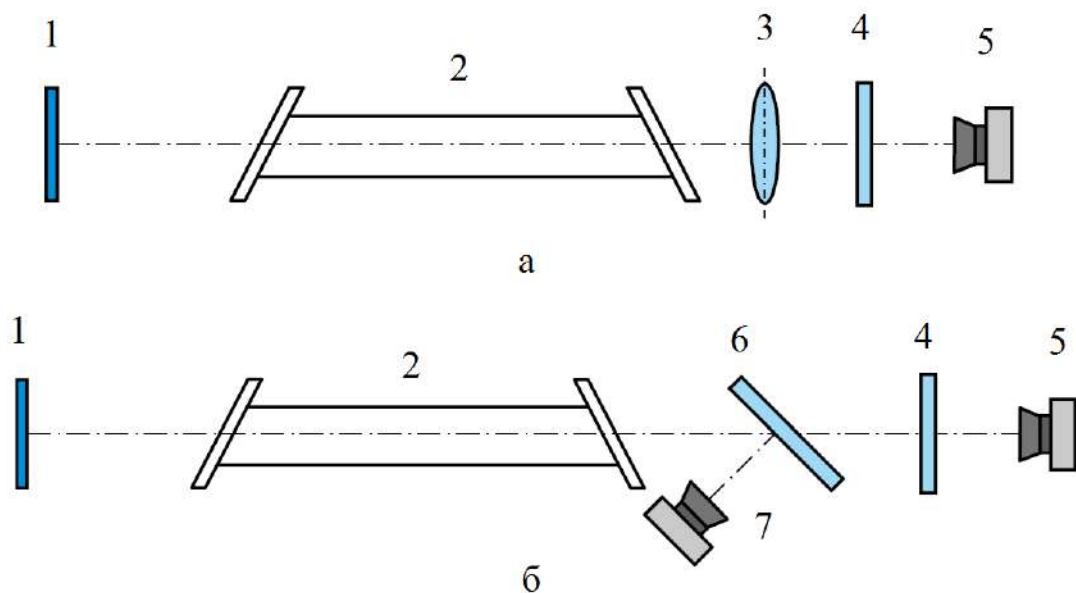


Рис 2.5. Экспериментальная схема для исследования профиля пучка излучения (а) и интегрального усиления во времени (б): 1 – зеркало; 2 – усилитель яркости; 3 – линза; 4 – нейтральный светофильтр; 5 – камера (фотодиод); 6 – светоделительная пластина; 7 – фотодиод

Использование в качестве объекта визуализации плоского зеркала с коэффициентом отражения 80 % (рис. 2.5) моделирует объект с равномерным коэффициентом отражения по всей области формирования изображения. Это позволяет исключить влияние отражающих свойств объекта при анализе характеристик усиления лазерного монитора на усиление среды. С помощью CMOS-камеры (FastCam HiSpec1) записывался весь профиль излучения

(рис. 2.5, а), а затем обрабатывался с использованием программного обеспечения ImageJ. При регистрации профиля излучения с помощью камеры CMOS необходимо учитывать, что экспозиция камеры составляет 2 мкс (минимально возможный для используемой камеры), что превышает длительность импульса, соответственно, и камера захватывает некоторую часть собственного излучения объекта. Регистрация излучения двумя скоростными фотодиодами (Thorlabs DET10A/M) проводилась для изучения формы импульса генерации в центре и на периферии пучка (рис. 2.5, б). Фотодиод 1 служил для записи усиленного спонтанного излучения и синхронизации. Фотодиод 2 регистрировал излучение в центре и на периферии луча. Интенсивность излучения ослаблялась нейтральными светофильтрами, которые устанавливались для предотвращения насыщения камеры. Полосовые фильтры (Photoptic Filters) с шириной полосы пропускания 10 нм использовались для разделения желтой (578,2 нм) и зеленой (510,6 нм) линий генерации. Фильтры устанавливались под углом к оптической оси, чтобы уменьшить возможность паразитной генерации.

### **2.2.3. Оптическая схема лазерного монитора для наблюдения процесса горения нанопорошков металлов**

В настоящее время для получения новых материалов используется ряд методов, связанных с взаимодействием мощных потоков энергии с веществом или процессами горения при высоких температурах. Одним из таких процессов является производство нитрида алюминия (AlN) путем горения нанопорошка алюминия на воздухе. Чтобы понять характер процессов и управлять этими процессами для получения керамических материалов с заданными фазовым составом и морфологией кристаллической фазы, необходимо тщательно изучить механизм образования AlN при горении нанопорошка алюминия на воздухе и морфологию синтезированного порошка. Высокая температура (около 2500 °С) и интенсивный собственный свет при горении нанопорошка алюминия, а также высокая скорость реакции, являются

проблемами, которые усложняют исследование. Для визуального и контроля этого процесса мы применили схемы на основе лазерного монитора, который позволяет изолировать интенсивный собственный свет от процесса горения.

Нанопорошок алюминия, использованный в данной работе, был получен электрическим взрывом алюминиевой проволоки в аргоне с использованием установки UDP-4G, разработанной в Томском политехническом университете [124]. Аналогичный нанопорошок может быть приобретен в ООО «Передовые порошковые технологии» [125]. Параметры активности нанопорошка алюминия были следующими: начальная температура окисления – 450 °С, уровень окисления – 63,8 %, максимальная скорость окисления – 0,13 мас. %/°С, удельный тепловой эффект – 4995 Дж/г. Распределение частиц по размерам нанопорошка было близко к логарифмической норме с максимумом 120 нм. Количество металлических примесей в нанопорошке не превышало 1,0 мас. %.

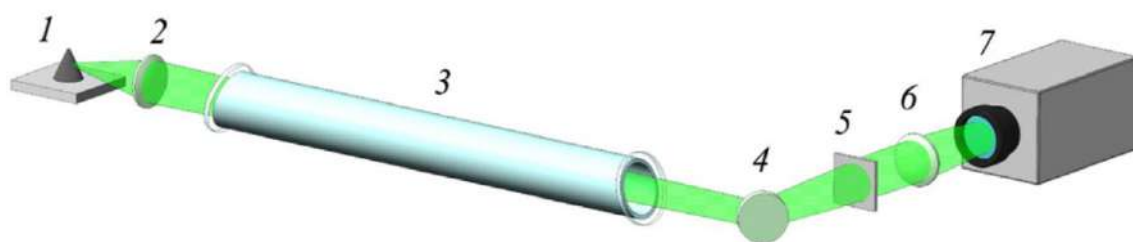


Рис. 2.6. Традиционная схема лазерного монитора: 1 – исследуемый образец; 2 – объектив для формирования изображения; 3 – усилитель яркости на парах бромида меди; 4 – поворотное зеркало; 5 – нейтральный фильтр; 6 – объектив для масштабирования изображения; 7 – скоростная камера

Лазерный монитор был изготовлен на основе компактного усилителя яркости из бромида меди с использованием полупроводникового источника накачки. Апертура газоразрядной трубки составляла 1,5 см, а длина активной области – 40 см. Частота повторения импульсов усилителя яркости составляла 24 кГц, длительность импульса сверхизлучения – 40 нс, а энергия импульса сверхизлучения – 2,7 мкДж. Схема лазерного монитора, использованного для наблюдения за горением нанопорошка алюминия в воздухе, показана на рис. 2.5. Принцип его работы заключается в следующем. Сверхизлучение

усилителя яркости освещает область объекта наблюдения через объектив (размер области зависит от используемого объектива). Отраженный свет несет информацию о поверхности сфотографированного объекта, усиливается путем прохождения через усилитель яркости, а затем проецируется на матрицу камеры. Нейтральный фильтр, установленный на выходе усилителя, блокирует широкополосное излучение горения нанопорошка алюминия и свечение газового разряда в ГРТ.

Изображения были записаны с использованием скоростной видеокамеры HiSpec FastCam 1 с внешней синхронизацией. Используемая камера имела 2 ГБ встроенной памяти кадров и доступное минимальное время экспозиции 2 мкс. Однако для обеспечения наилучшего контраста для изображений, получаемых с использованием такой оптической системы, было бы целесообразно использовать скоростную видеокамеру, позволяющую варьировать время экспозиции до наносекунд, чтобы более точно отделить желаемый сигнал от фонового света.

Чтобы избежать потерю важной информации о горении нанопорошка алюминия, видеозаписи в текущей работе выполнялись с разной частотой кадров. Максимальная скорость записи составляла 1200 кадров в секунду. Поскольку частота повторения импульсов используемого усилителя яркости была постоянной (24 кГц), синхронизация усилителя яркости с видеокамерой была достигнута путем деления частоты повторения импульсов усилителя яркости на определенный коэффициент.

При записи видео с использованием более высокой частоты кадров продолжительность записи видео ограничена объемом внутренней памяти видеокамеры. Например, максимальное время записи для частоты 1000 кадров в секунду и уменьшенного разрешения  $500 \times 500$  пикселей составило 8,5 с для скоростной цифровой видеокамеры, использованной в нашем исследовании. Поэтому используемая видеокамера ограничивала возможности лазерного монитора.

Кроме наблюдения распространения фронта горения на поверхности



нанопорошка алюминия, в данной диссертационной работе исследовали другие характеристики горения разных нанопорошков металлов при разном способе инициирования. В частности, чтобы исследовать характеристики отражения поверхности нанопорошка и воздействие лазерного инициирования на распространение фронта горения нанопорошков алюминия и его смеси с  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , улучшили типичную схему лазерного монитора с применением скоростных чувствительных фотодиодов.

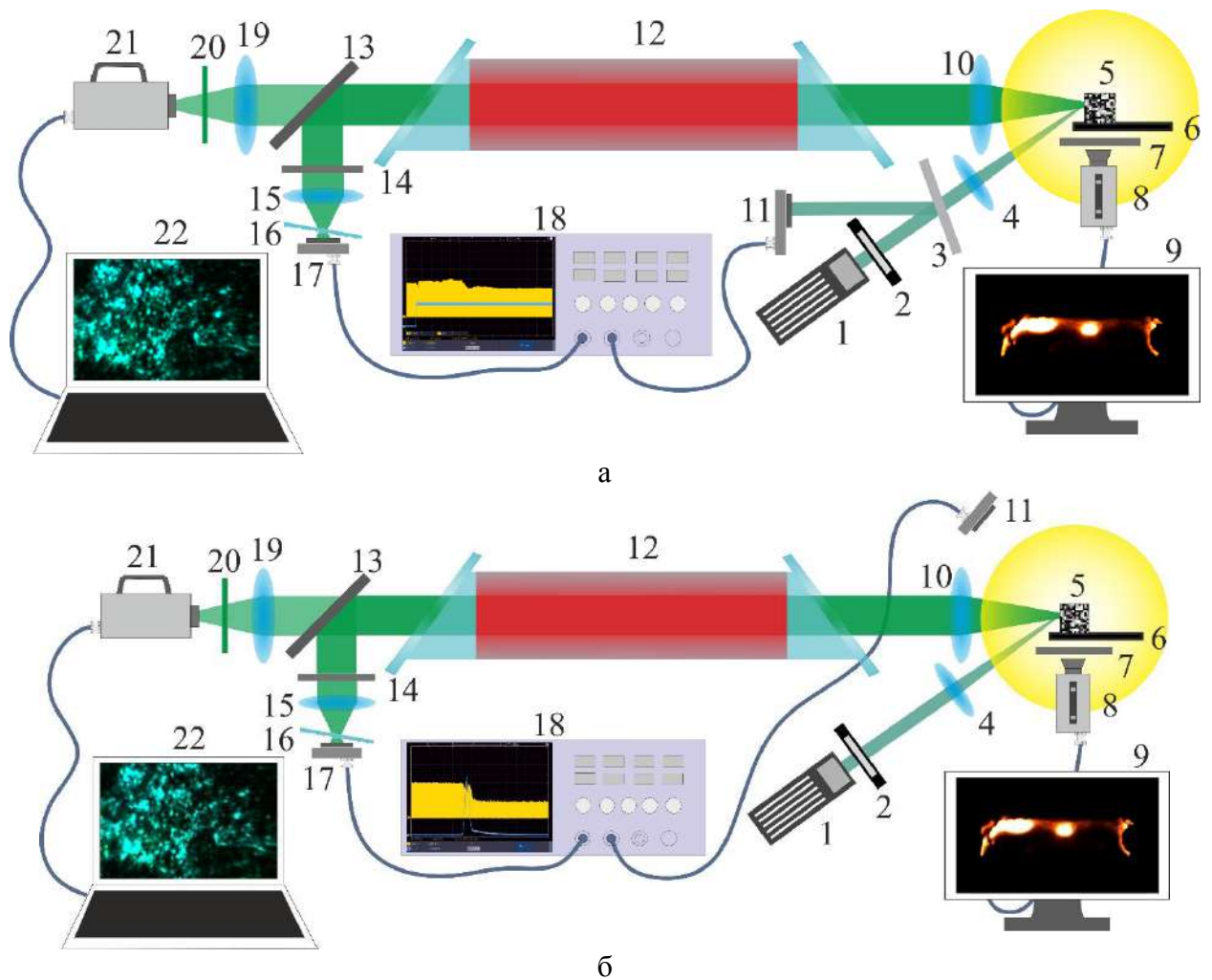


Рис. 2.7. Схемы лазерного монитора для визуализации поверхности образцов наноалюминия с регистрацией инициирующего излучения (а) и собственной яркости горящего образца (б): 1 – инициирующий лазер; 2 – затвор; 3, 13 – светоделительные пластины; 4, 10, 15, 19 – линзы или объективы; 5 – объект наблюдения; 6 – подложка; 7, 14 – нейтральные светофильтры; 8 – цифровая камера; 9, 22 – ПК; 11 – фотодиод PD1, 12 – усилитель яркости; 16 – диффузор; 17 – фотодиод PD2; 18 – осциллограф; 20 – фильтр на длину волны 510 нм; 21 – скоростная камера

Для подготовки образца нанопорошки металлов были приготовлены с использованием пресс-формы и имели примерно одинаковые размеры

( $20 \times 7 \times 3$  мм), что позволило обеспечить время горения, достаточное для измерений. Распределение частиц нанопорошка Al и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  по размерам измеряли с использованием анализатора распределения частиц по размерам Shimadzu SALD-7101 в изопропанол (99,99 %). Распределение было почти логарифмическим с максимумом 240 нм для  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и 80 нм для нанопорошка Al.

Улучшенная схема с применением фотодиодов и лазерного инициирования представлена на рис. 2.7. Оптическая система с усилением яркости построена на основе собственного усилителя яркости из бромида меди. Газоразрядная трубка имела отверстие 1,5 см, а длина активной области составляла 50 см. Трубка генерировала усиленное импульсное спонтанное излучение при 510,6 и 578,2 нм при частоте повторения импульсов 20 кГц.

Влияние лазерного излучения на нанобъекты обсуждалось ранее в [126]. В этой работе говорится, что абляция и воспламенение должны происходить при определенной пороговой плотности энергии. Для лазерного монитора необходимо минимизировать влияние на инициирование и горение. Средняя мощность освещения усилителя яркости в этом исследовании составляла 14 мВт (энергия импульса 0,7 мкДж), измеренная на месте объекта. Кроме того, наблюдаемый объект был помещен вне фокуса формирующей изображение линзы (7 на рис. 2.7). Лазерный монитор освещал область наблюдения диаметром около 0,7 мм, плотностью потока излучения 1,4 мкДж/мм<sup>2</sup>. Измеренное пороговое значение для условий нашего эксперимента составляет около 12,6 мДж/мм<sup>2</sup>. В работе [127] авторы использовали инфракрасные лазер для инициирования нанопорошков с длиной волны 1064 нм и длительностью импульса 20–50 мс. Пороговое значение энергии для нанопорошка алюминия составляло 6,8 мДж/мм<sup>2</sup>. В данной работе длины волн поджигающего и зондирующего излучения были выбраны в видимом диапазоне с целью визуального контроля.

Инициирование горения нанопорошка алюминия и смесей обеспечивалось излучением непрерывного твердотельного лазера с длиной

волны 532 нм. Лазерное излучение со средней выходной мощностью 200 мВт фокусировалось на образце в месте наблюдения лазерным монитором или на краю образца.

Запись изображений осуществлялась скоростной CMOS-камерой HiSpec Fastec 1 с возможностью внешней синхронизации. Для записи видео использовался внешний триггер одновременно с открытием механического затвора (Thorlabs SHB1). Иницирующее излучение и выходное излучение усилителя яркости регистрировались фотодиодами Thorlabs DET10A/M с временем нарастания 1 нс. Осциллограф АКПП-4122/10 использовался для регистрации сигналов фотодиодов со временем сканирования 500 мс.

#### **2.2.4. Синхронизация скоростной камеры и усилителя яркости**

Усилитель яркости на парах бромида меди представляет собой основной элемент для создания лазерного монитора. Он излучает импульсный лазерный свет в видимом диапазоне с длинами волн 510,6 и 578,2 нм. Скоростная камера также регистрирует изображения импульсно с заданным временем экспозиции, которое устанавливается минимальным, чтобы изображение формировалось одним импульсом излучения усилителя яркости. При отсутствии синхронизации камеры и усилителя яркости импульс излучения может не присутствовать во время экспозиции, тогда камера зарегистрирует кадр без изображения поверхности объекта (пустой кадр). Необходимость применения синхронизации при исследовании быстропротекающих процессов отмечалась ранее в работе [68].

Синхронизация камеры в нашей работе осуществлялась путем подачи импульса на вход SYNC IN цифровой камеры. Поскольку частота работы усилителя яркости составляла 20 кГц, для получения частоты съемки 1000 кадров в секунду камера регистрировала изображение от каждого 20-го импульса излучения усилителя яркости. Импульс SYNC IN формировался путем деления частоты работы усилителя яркости на 20. Для деления использовали цифровой счетчик с изменяемым коэффициентом счета.

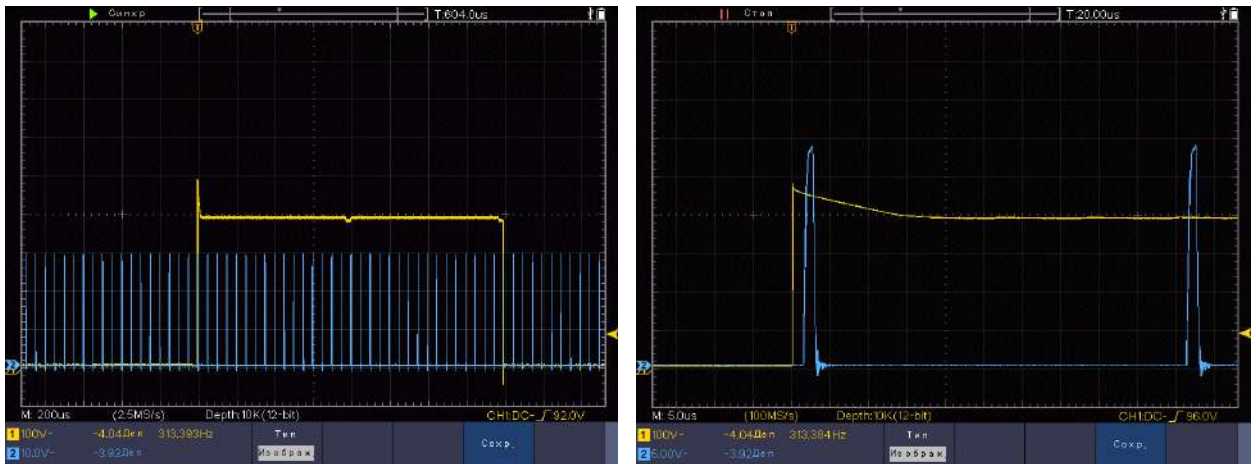


Рис. 2.8. Импульсы CLOCK и SYNC. Канал 1 – SYNC, канал 2 – CLOCK

### 2.2.5. Схема удаленного наблюдения

В целом процесс горения высокоэнергетического топлива неспокоен и нестабилен. Некоторые топлива выбрасывают загоревшиеся твердые продукты в процессе горения. Эта ситуация создает трудности для наблюдения этих процессов на слишком близких расстояниях. Поэтому изучение процесса горения требует систему, которая позволила бы одновременно наблюдать объект значительном расстоянии и исключила бы интенсивную засветку.

Схема для дистанционного наблюдения на основе лазерного монитора показана на рис. 2.9.

По сравнению с традиционной схемой, в предлагаемой схеме заменили объектив, формирующий изображение и расположенный вблизи объекта, на длиннофокусное зеркало. Следует отметить, что согласно результатам исследования характеристик усиления активных элементов на парах бромида меди равномерный профиль усиления достигается, если расстояние между выходным окном и объектом менее 3 м.

При использовании одного вогнутого зеркала с радиусом кривизны 3 м область наблюдения составляла около 3 см в диаметре. Поскольку образцы нанопорошка в данной работе имеют высоту всего 4 мм, между усилителем яркости и вогнутым зеркалом была установлена линза с  $F = 1$  м на расстоянии 10 см от выходного окна ГРТ и 30 см до вогнутого зеркала (рис. 2.9). Это позволило нам получить область наблюдения диаметром  $\sim 6$  мм на расстоянии

50 см от объекта до зеркала. В схеме присутствовали фотодиоды, которые регистрировали выходное излучение лазерного монитора (фотодиод 2), одновременно регистрируя яркость собственного свечения горящего образца (фотодиод 1).

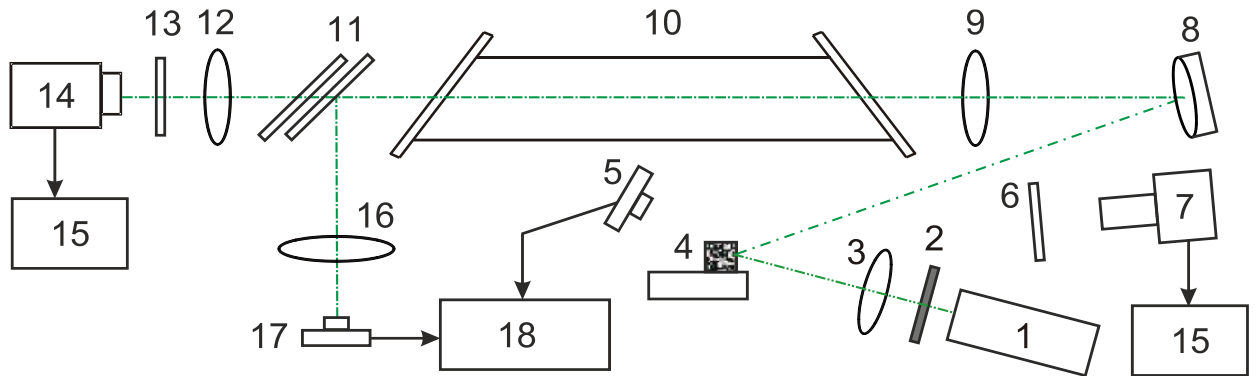


Рис. 2.9. Схема лазерного монитора для дистанционного наблюдения процессов высокотемпературного горения: 1 – твердотельный лазер; 2 – оптический затвор; 3, 16 – линзы; 4 – нанопорошок алюминия; 5 – фотодиод PD1; 6, 11 – нейтральный фильтр; 7 – USB-камера; 8 – поворотное зеркало с определенной длиной фокуса; 9, 12 – объективы; 10 – усилитель яркости; 13 – узкополосный фильтр; 14 – скоростная камера; 15 – ПК; 17 – фотодиод PD2; 18 – осциллограф

Запись изображений в схеме осуществлялась с помощью скоростной монохромной камеры Photron Fastcam SA1 с возможностью внешней синхронизации. Частота кадров скоростной съемки была установлена на 1000 кадров/с, чтобы обеспечить компромисс между разрешением и временем записи. Запись видео включалась с помощью внешнего триггера одновременно с открытием затвора Thorlabs SHB1. Общий вид процесса был записан USB-камерой ELP-USBFHD01M-MFV. Фотодиод 1 и фотодиод 2 представляли собой скоростные фотодиоды Thorlabs DET10A/M со временем нарастания 1 нс. Осциллограф Tektronix TDS3054C регистрировал формы сигналов импульсного усилителя яркости сигнала. Осциллограф АКПП-4122/10 регистрировал огибающую сигнала фотодиодов со временем сканирования до 2 с/дел.

Инициирование процесса горения смесей нанопорошков и порошков алюминия осуществлялось непрерывным излучением 532 нм от твердотельного лазера и контролировалось затвором. Лазерное излучение со

средней выходной мощностью 200 мВт фокусировалось на образце в области наблюдения, контролируемой лазерным монитором, или сбоку образца.

Так как горение распространяется вдоль образца, интерес представляет перемещение области наблюдения за фронтом горения. Ключевым усовершенствованием устройства стало расположение вогнутого зеркала на поворотной платформе с регулируемой угловой скоростью. Потребовалось изготовить блок управления поворотной платформой и синхронизировать все управляющие сигналы. Схема такого устройства представлена на рис. 2.10.

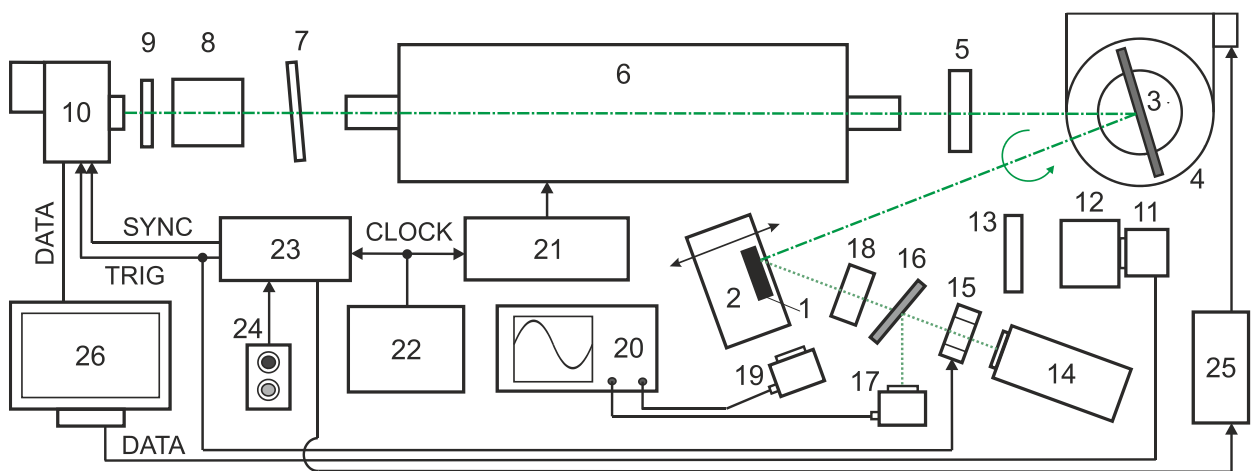


Рис. 2.10. Схема лазерного монитора с поворотной платформой для дистанционного наблюдения процессов высокотемпературного горения: 1 – объект исследования; 2 – линейный транслятор; 3 – вогнутое зеркало; 4 – поворотная платформа; 5, 18 – линзы; 6 – усилитель яркости; 7 – нейтральный светофильтр; 8, 12 – объектив; 9, 13 – узкополосный фильтр; 10 – скоростная цифровая камера; 11 – USB-камера; 14 – твердотельный лазер; 15 – оптический затвор; 16 – светоделительная пластина; 17 – фотодиоды; 20 – осциллограф; 21 – тиратронный генератор; 22 – генератор; 23 – блок синхронизации; 24 – кнопки; 25 – контроллер управления; 26 – ПК

Газоразрядная трубка в этой схеме имела длину 50 см и внутренний диаметр 2,5 см и генерировала среднюю мощность усиленного спонтанного излучения 14 мВт, измеренную на месте объекта измерителем мощности Ophir Orion PD300. Накачка активной среды осуществлялась тиратронным генератором импульсов, на который подавались тактовые импульсы CLOCK от генератора с частотой 20 кГц.

В данной работе использовалась скоростная цифровая камера Phantom Miro C110, которая позволяла регистрировать изображения с разрешением

1024 × 1024 со скоростью до 900 кадров в секунду. Камера имела входы TRIG и SYNC, что позволяло регистрировать изображения синхронно с импульсом генератора.

Перед проведением экспериментов по наблюдению горения нанопорошка систему калибровали с использованием измерительной линейки из нержавеющей стали. На рис. 2.11 показаны кадры формирования изображения процесса вращения платформы со скоростью 0,16 °/с под углом 1,15 °. Следует отметить, что лазерный монитор дает перевернутое изображение. Чтобы получить правильное изображение, необходима его постобработка. В случае нормального падения излучения, сфокусированного зеркалом (3 на рис. 2.10), изображение линейки имеет наибольшую яркость (рис. 2.11, e).

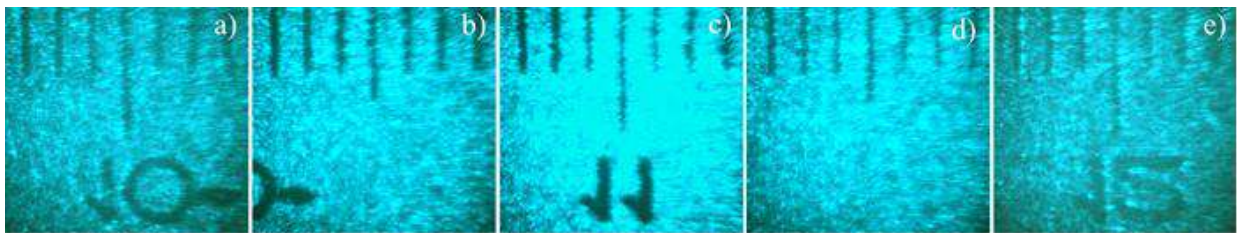


Рис. 2.11. Изображение металлической линейки с использованием лазерного монитора с поворотной проекционной системой

Когда платформа вращается, яркость изображения уменьшается. Однако структура поверхности контрастно видна при перемещении зоны наблюдения в диапазоне ~2 см. Поскольку нанопорошок алюминия имеет коэффициент отражения менее 10 %, разница в яркости при движении будет незначительной. Используя продукты сгорания, мы оценили глубину резкости как расстояние между оптической осью линзы между двумя плоскостями в пространстве объектов, внутри которых находятся объекты в сопряженной фокальной плоскости, которые являются объективно чистыми [128].

Глубину резкости определяли путем перемещения объекта вдоль оптической оси системы с помощью линейного переводчика (2 на рис. 2.10).

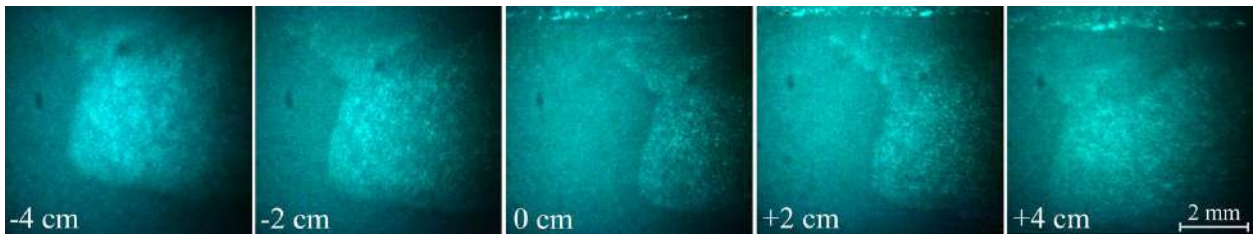


Рис. 2.12. Изображение объекта на разных расстояниях от нулевой позиции

На рис. 2.12 показано изображение объекта на разных расстояниях от нулевой позиции, соответствующее субъективно четкому изображению. Нулевое положение соответствовало расстоянию 50 см от фокусного зеркала. Изображения не были исправлены, поэтому мы видим сверху алюминиевую подложку.

### **2.3. Наблюдение процесса горения с использованием лазерной подсветки**

Процесс высокотемпературного горения нанопорошков относится к окислительным процессам и сопровождается выделением большого количества тепла. Это тепло рассеивается путем теплообмена и теплового излучения. Большинство этого теплового излучения составляет инфракрасное излучение. Спектр собственного свечения нанопорошка алюминия в данной работе измерялся с помощью спектрометра Avantes AvaSpec-ULS2048-USB2. Очевидно, что интенсивность излучения на каждой длине волны изменяется в процессе горения. На рис. 2.13 представлен спектральный состав излучения, зарегистрированный с интервалом 0,14 секунды. Данные кривые характеризуют изменение интенсивности собственного света горения от момента инициирования до охлаждения образца. Группа красных кривых соответствует росту температуры, когда свечение увеличивается до максимальной яркости. Группа синих кривых характеризует процесс горения до полного охлаждения.

Из-за ограниченного диапазона измерения спектрометра, максимальное значение длины волны показано только до 1080 нм. Также видно, что большая часть теплового излучения находится в инфракрасном диапазоне. Реально, излучение в видимом диапазоне также имеет высокую интенсивность и



затрудняет наблюдения без применения специальных устройств визуализации или просто полосовых светофильтров. Следует отметить, что интенсивность излучения с длиной волны 760 нм в несколько раз больше, чем интенсивность излучения с длиной волны около 500 нм. На основе этого заключения использование лазерной подсветки с длиной волны 532 нм (рис. 2.14) является близким к оптимальному при наблюдении высокотемпературного горения.

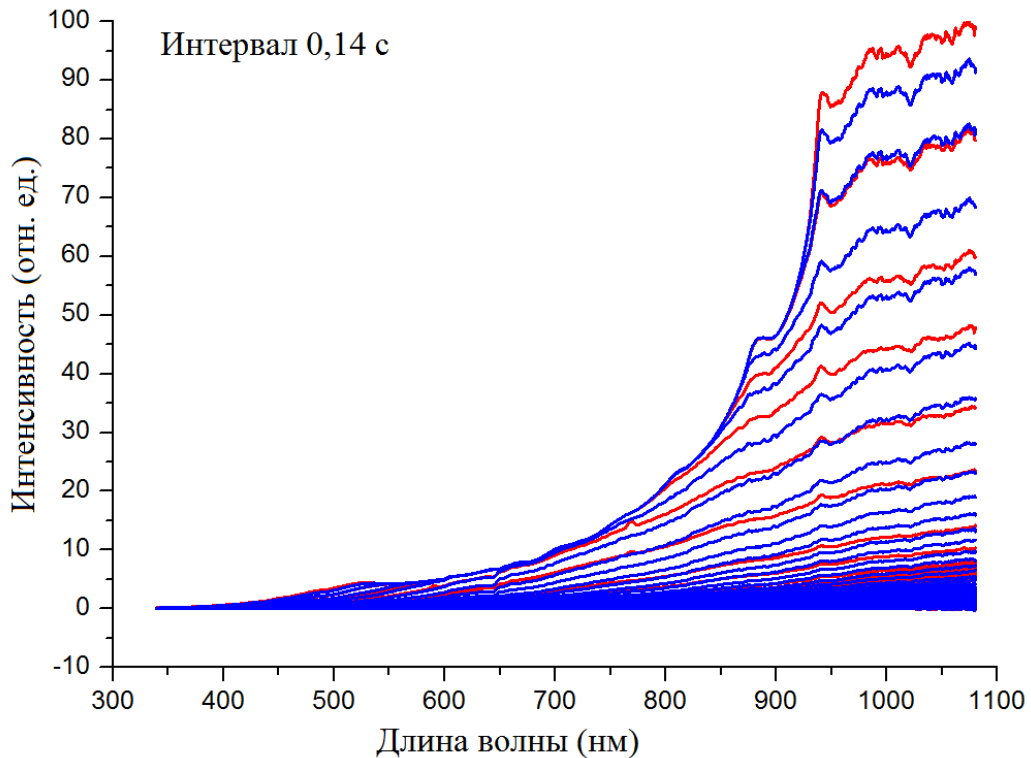


Рис. 2.13. Спектр собственного света нанопорошка алюминия в процессе горения

Твердотельный лазер подсветки излучал 5 мВт в пучке диаметром 0,9 мм. Для освещения целого образца, на пути лазерного излучения был установлен диффузор для рассеивания лазерного излучения. Для ослабления широкополосного собственного свечения образца использовался полосовой фильтр  $532 \pm 5$  нм и нейтральные светофильтры. Инициирование осуществлялось газовой горелкой на конце образца. Запись изображения осуществлялась с помощью скоростной CMOS-камеры HiSpec Fastec 1. Для записи видео использовался внешний триггер одновременно с открытием затвора (Thorlabs SHB1). По результатам наблюдения с использованием схемы

на рис. 2.14 проявился недостаток, заключающийся в том, что на поверхности объекта появлялись лазерные спеклы, которые искажают информацию об изменении поверхности в ходе горения.

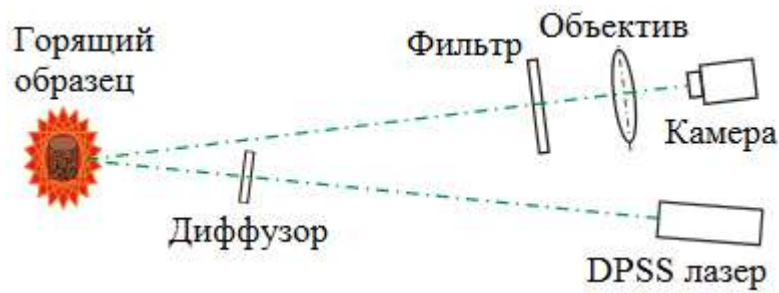


Рис. 2.14. Схема для наблюдения высокотемпературного процесса горения с использованием лазерной подсветки: 1 – лазер; 2 – механический затвор; 3 – диффузор; 4 – образец; 5 – нейтральный фильтр; 6 – полосовой фильтр; 7 – объектив; 8 – камера

На рис. 2.15 представлена схема для наблюдения процесса горения с использованием лазерной подсветки и расширителя пучка.

Известно, что размер спекла снижается с увеличением диаметра пучка излучения, поэтому применение расширителя пучка позволяет минимизировать явление интерференции и улучшить качество визуализации. Используемый расширитель фирмы Standa предназначен для работы на длине волны 532 нм и позволяет расширять диаметр пучка от 1 до 12 раз.

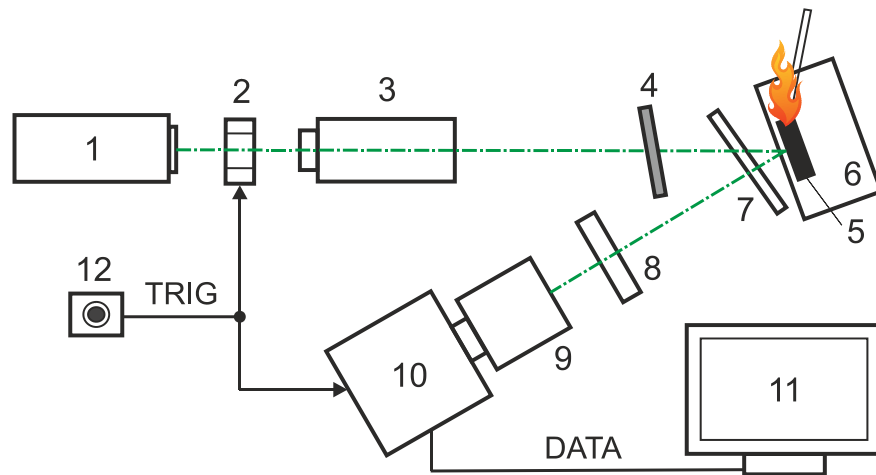


Рис. 2.15. Схема наблюдения процесса горения с использованием лазерной подсветки: 1 – твердотельный лазер; 2 – оптический затвор; 3 – расширитель пучка; 4 – диффузор; 5 – объект наблюдения; 6 – подложка; 7 – нейтральный фильтр; 8 – узкополосный фильтр; 9 – объектив; 10 – скоростная камера; 11 – ПК; 12 – кнопка запуска

## 2.4. Аппаратура лазерной спекл-визуализации

### 2.4.1. Схема эксперимента по получению и записи лазерных спеклов для исследования поверхности нанопорошков металлов

В связи с достаточно простыми условиями для получения лазерного спекла, схемы для регистрации спекл-изображений также не сложные. Схема для спекл-визуализация имеет три основных компонента: источник света, объект исследования и приемная аппаратура. Чтобы получить лазерные спекл-изображения, в качестве источника света используется лазер. С помощью оптической системы для коллимации излучения или без нее свет направляется на рассеивающий объект. Рассеивающий объект производит лазерные спеклы за счет отражения или рассеяния падающего света и формирует поле спекла в пространстве.

В связи с наличием неровностей на поверхности нанопорошков, освещающий свет диффузно отражается от поверхности. Если источник света когерентный, отраженный свет будет формировать нерегулярные спекл-поля в пространстве. С помощью цифровой камеры можно получить спекл-изображения. В ходе исследования процесса горения нанопорошков металлов, мы обратили внимание на изменение поверхность в ходе горения. Изменение спекл-изображений, формируемых поверхностью, соответствует изменению

характеристик поверхности объекта исследования. На рис. 2.16 представлена схема для регистрации лазерных спекл-изображений на поверхности объекта. Источником света в данных экспериментах являлся Nd:YAG-лазер с переменной мощностью от 5 до 200 мВт. Он генерировал когерентный свет в видимой области спектра с длиной волны 532 нм. Диаметр лазерного луча составлял 0,9 мм. Объектами исследования являлись нанопорошок алюминия и смесь нанопорошка алюминия и нанопорошка железа. Образцы нанопорошков были сформованы в виде параллелепипеда с размерами  $20 \times 5 \times 3$  мм (рис. 2.17). Процесс горения инициировался газовой горелкой. Интерференционный фильтр с полосой пропускания  $532 \pm 5$  нм был установлен для пропускания отраженного лазерного спекла и изоляции света фонового излучения, испускаемого горящим образцом. Для захвата спекл-изображений использовалась скоростная монохромная камера Phantom Fastcam SA1 с объективом Canon Macro Lens EF 100 мм с фокусировкой на бесконечность.

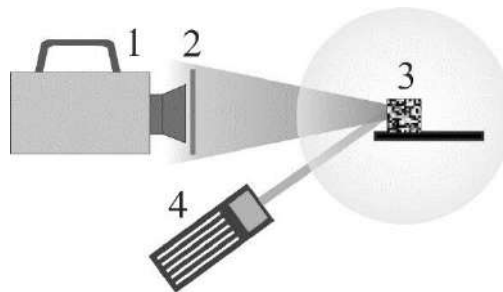


Рис. 2.16. Схема для регистрации лазерных спекл-изображений: 1 – скоростная монохромная камера с объективом; 2 – 532-нм узкополосный фильтр; 3 – образец нанопорошка; 4 – Nd:YAG-лазер

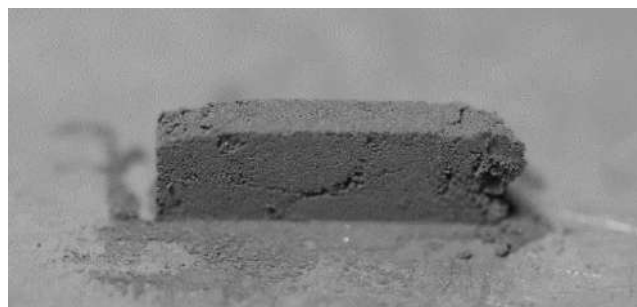


Рис. 2.17. Образец нанопорошка до начала горения

На рис. 2.18 представлены два разных лазерных спекл-изображения во время горения. Эти два спекл-изображения отличаются друг от друга. Разница указывает на то, что структура поверхности образца изменяется при горении. Скорость процесса горения обратно пропорциональна коэффициенту корреляции, характеризующему сходство соседних лазерных спекл-изображений.

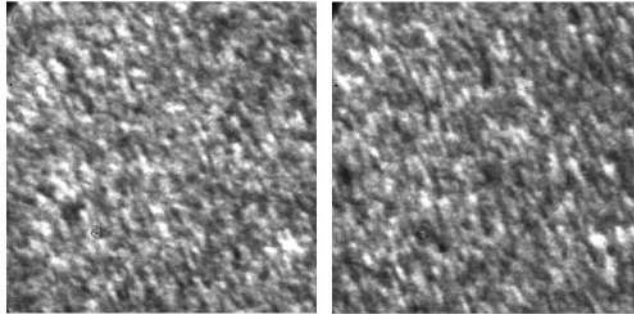


Рис. 2.18. Лазерные спекл-изображения при горении нанопорошка алюминия

#### 2.4.2. Методика обработки лазерных спеклов

Процедура обработки с использованием метода корреляции цифровых спекл-изображений заключается в поиске максимального значения коэффициента корреляции между соседними спекл-изображениями. На рис. 2.19 представлена иллюстрация изменения цифровых спеклов при микроперемещениях. Допустим, что в ходе процесса спекл-изображение трансформировалось из положения 1 в положение 2. Необходимо выбрать область спекл-изображения для анализа и представить ее в виде двумерного массива пикселей с текущими координатами. Пусть выбранной части изображения на рис. 2.19 соответствуют следующие обозначения:

- положение 1:  $I_s = f(x, y)$  ( $x = 1, 2, \dots, N; y = 1, 2, \dots, M$ ), (1)

- положение 2:  $I_t = g(x, y)$  ( $x = 1, 2, \dots, N; y = 1, 2, \dots, M$ ). (2)

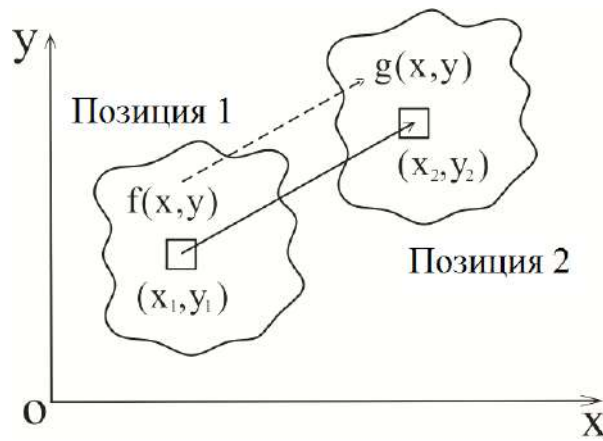


Рис. 2.19. Изменение цифровых спеклов при микроперемещении

После движения точка с координатами  $(x_1, y_1)$  перемещается в положение с координатами  $(x_2, y_2)$ . Пусть значение уровней серости в элементарной площадке перед движением равно  $f(x, y)$ , после движения значение уровней серости равно  $g(x, y)$ . Если в последующей картинке найти элементарную площадку  $g$ , коррелирующую с исходной элементарной площадкой  $f$ , тогда можно считать спекл перемещенным с позиции  $f$  в позицию  $g$ . Для поиска площадки  $g$  реализован алгоритм в среде программирования MatLab. Он состоит из трех основных шагов.

1. Выбирается некоторое окно на первом изображении спекла, которое затем сканируется на последующих изображениях. Если выбранное окно слишком маленькое, тогда в нем будет недостаточно информации. Если выбранное окно слишком большое, тогда затраты ресурсов на его обработку будут неоптимальными. В работе [129] отмечается, что оптимальный размер окна варьируется от  $31 \times 31$  до  $61 \times 61$  точек. Однако критерии, по которым проводились эти оценки, не приводятся. Поэтому в настоящей работе мы провели оптимизацию размера окна, исходя из минимума коэффициента искажений гармонического сигнала.

2. Выбирается выражение для расчета коэффициента корреляции и находится позиция максимального значения с точностью до 0,5 пикселя. В литературе известны следующие формулы для определения коэффициента корреляции [130–136]:

$$C_1 = \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [f(x_i, y_j) \cdot g(x_i', y_j')]}{\sqrt{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m f^2(x_i, y_j) \cdot \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m g^2(x_i', y_j')}}}, \quad (3)$$

$$C_2 = \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [f(x_i, y_j) - \bar{f}] \cdot [g(x_i', y_j') - \bar{g}]}{\sqrt{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [f(x_i, y_j) - \bar{f}]^2 \cdot \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [g(x_i', y_j') - \bar{g}]^2}}, \quad (4)$$

$$C_3 = (C_2)^2 = \frac{\left\{ \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [f(x_i, y_j) - \bar{f}] \cdot [g(x_i', y_j') - \bar{g}] \right\}^2}{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [f(x_i, y_j) - \bar{f}]^2 \cdot \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m [g(x_i', y_j') - \bar{g}]^2}}, \quad (5)$$

где  $f(x_i, y_j)$  – значение уровня серости площадки  $(x_i, y_j)$  в положении 1 (рис. 2.19);  $\bar{f}$  – среднее значение уровня серости всего изображения в положении 1;  $g(x_i', y_j')$  – значение уровня серости в положении 2;  $\bar{g}$  – среднее значение уровня серости всего изображения в положении 2.

3. Выбирается значение коэффициента корреляции в окрестности максимума, примерно соответствующее одному пикселю, и делается интерполяция с шагом 0,01 пикселя или меньше. Таким образом находится более точное положение максимума.

### 2.4.3. Программное обеспечение для обработки лазерных спекл-изображений

Коммерческое программное обеспечение MatLab является одним из наиболее удобных инструментов для обработки изображений. Цифровое изображение, представленное в виде одной матрицы, его преобразование и анализ производятся с минимальными затратами вычислительных ресурсов.

Чтобы реализовать анализ цифровых спекл-изображений в программе MatLab, была разработана функциональная схема обработки цифровых лазерных спекл-изображений, которая приведена на рис. 2.20. Эта схема использовалась при написании программы и выполнении анализа спекл-изображений, полученных при измерении времени свертывания плазмы и

крови человека, а также при наблюдении изменения поверхности образцов нанопорошков металлов во время горения.

Схема состоит из 1 устройства ввода, 7 регистров, 2 буферов, 3 сбросов, 2 устройств выборки, 6 компараторов, 4 сумматоров, 2 устройств хранения, 2 устройств вывода. Устройство ввода соединено с регистром 1, оно начинает загрузку спекл-изображения. Регистр 1 соединен с регистром 2. В регистре 1 задается значение номера кадра.

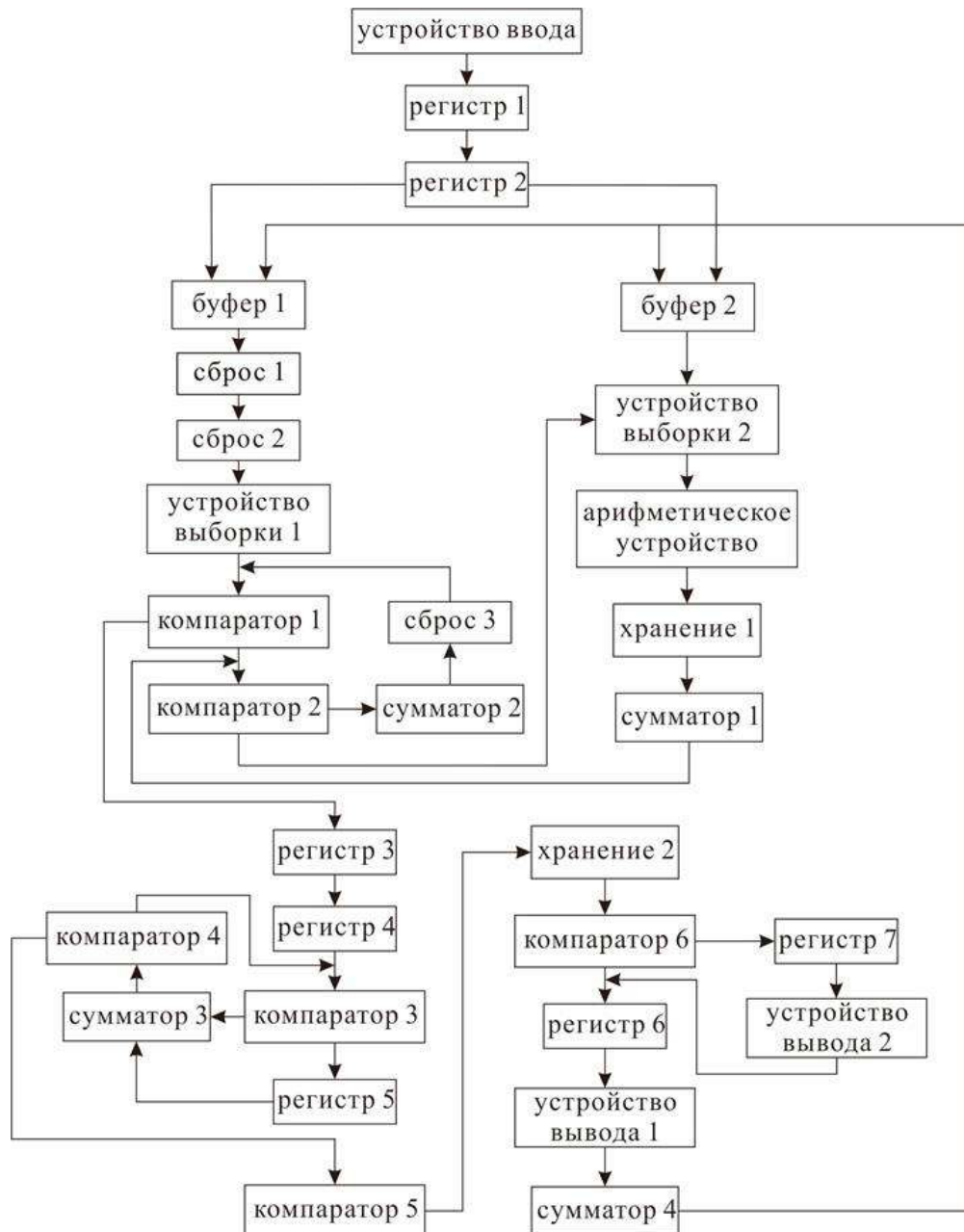


Рис. 2.20. Функциональная схема обработки последовательности цифровых лазерных спекл-изображений



Регистр 2 соединен с буфером 1 и буфером 2. В регистре 2 устанавливается начальное значение времени. Буфер 1 соединен с устройством сброса 1 и осуществляет загрузку спекл-изображения по номеру кадра в регистр 1. Буфер 2 соединен с устройством выборки 2, в буфер 2 загружается спекл-изображение по сумме значения номера кадра в регистре 1 плюс 1. Сброс 1 соединен со сбросом 2, он устанавливает значение 0 в число сравнения по горизонтали. Сброс 2 соединен с устройством выборки 1 и устанавливает значение 0 в число сравнения по вертикали. Устройство выборки 1 соединено с компаратором 1, выбирает размер окна изображения для сравнения.

Компаратор 1 соединен с компаратором 2 и регистром 3. Он проверяет, больше ли число сравнения, чем разница размера изображения по горизонтали перед и после устройства выборки 1. Компаратор 2 соединен с сумматором 2 и устройством выборки 2, сравнивает число сравнения с числом пикселей изображения по вертикали перед и после устройства выборки 1. Сумматор 2 соединен со сбросом 3, складывает число сравнения по горизонтали с 1. Сброс 3 соединен с компаратором 1, устанавливает значение 0 в число сравнения по вертикали. Устройство выборки 2 соединено с арифметическим устройством и осуществляет выбор изображения с одним и тем же размером.

Арифметическое устройство соединено с устройством хранения 1, рассчитывает коэффициент корреляции между двумя изображениями. Устройство хранения 1 соединено с сумматором 1, хранит значение коэффициента корреляции двух изображений. Сумматор 1 соединен с компаратором 2, инкрементирует число сравнения по вертикали. Регистр 3 соединен с регистром 4, устанавливает значение порядкового номера данных устройства хранения 1 в регистр 3. Регистр 4 соединен с компаратором 3, устанавливает первое значение устройства хранения 1 в регистр 4. Компаратор 3 соединен с регистром 5 и сумматором 3, сравнивает значение в регистре 4 со значением коэффициента корреляции по значению в регистре 3 в устройстве хранения 1. Регистр 5 соединен с сумматором 3, устанавливает значение коэффициента корреляции по порядку значения регистра 3 в регистр 4.

Сумматор 3 соединен с компаратором 4, инкрементирует число сравнения по горизонтали. Компаратор 5 соединен с компаратором 4 и устройством хранения 2, проверяет, что число больше или меньше количества спекл-изображений, и передают максимальное значение в устройство хранения 2. Компаратор 6 соединен с регистром 6 и регистром 7, сравнивает значение в устройстве хранения 2 с установленным пороговым значением.

Регистр 6 соединен с устройством вывода 1, чтобы временно хранить текущее значение устройства хранения 2. Регистр 7 соединен с устройством вывода 2, чтобы временно запомнить номер изображения, если значение в устройстве хранения 2 выше, чем пороговое значение. Устройство вывода 1 соединено с сумматором 4, чтобы отображать зависимость коэффициент корреляции от времени. Устройство вывода 2 применяется для расчета момента времени, соответствующего номеру изображения и отображает это время. Сумматор 4 соединен с буфером 1 и буфером 2, чтобы инкрементировать число сравнения по горизонтали.

## **2.5. Комплексная система лазерной визуализации**

Для более простого и надежного исследования высокотемпературных процессов горения нанопорошков металлов предлагается комплексная система лазерной визуализации, которая показана на рис. 2.21. Система позволяет осуществлять мониторинг процесса горения нанопорошков металлов с использованием трех разных методов визуализации и характеризовать процессы горения.

В системе в качестве источников света использовался усилитель яркости на парах бромида меди и твердотельный лазер с диодной накачкой (DPSS) с длиной волны 532 нм. Усилитель яркости освещал поверхность при формировании изображения через объектив с фокусным расстоянием 80 мм и усиливал отраженный свет на длинах волн 510,6 и 578,2 нм. Нами обнаружено, что средняя яркость усиливаемых изображений соответствует коэффициенту отражения поверхности образца нанопорошка. Мы использовали быстрый

фотодиод Thorlabs DET10A/M (7 на рис. 2.21), чтобы зарегистрировать среднюю яркость света, отраженного от поверхности объекта и усиленного усилителем яркости. Спонтанное излучение усилителя яркости фокусировалось на фотодиодный датчик с помощью объектива Navitar DO-5095 через нейтральный светофильтр и диффузор, установленный для обеспечения равномерного распределения света на поверхности фотодиодного датчика. Осциллограф АКИП-4122/10 использовался для регистрации сигналов фотодиодов со временем сканирования 500 мс.

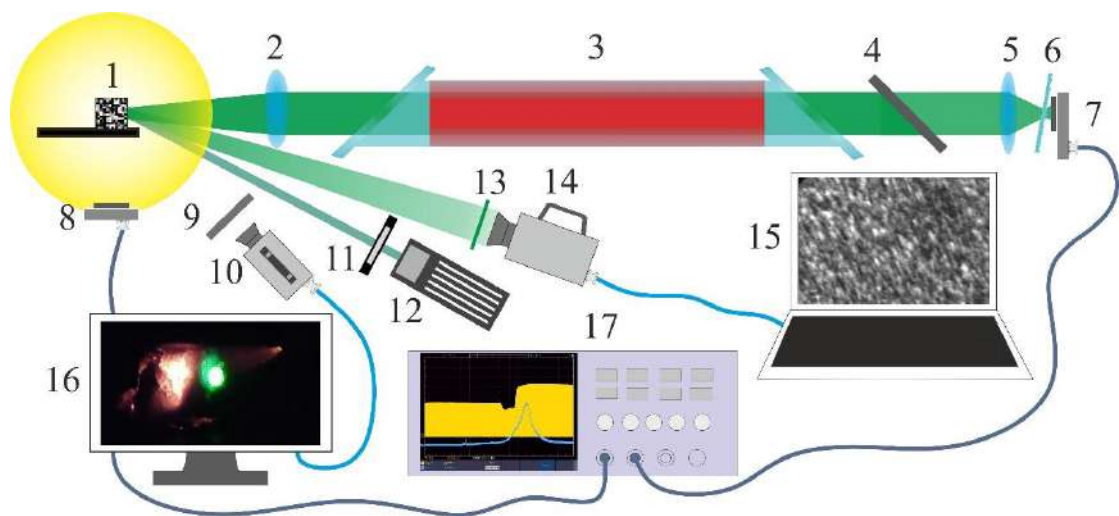


Рис. 2.21. Комплексная система лазерной визуализации: 1 – образец нанопорошка алюминия; 2, 5 – линзы; 3 – усилитель яркости из бромида меди; 4 – серый фильтр; 6 – рассеивающее стекло; 7, 8 – фотодиоды; 9 – серый фильтр; 10 – USB-камера; 11 – оптический затвор; 12 – лазер DPSS; 13 – узкополосный фильтр на длину волны 532 нм; 14 – скоростная монохромная камера Fastcam SA1.1; 15 – ПК; 16 – компьютер; 17 – осциллограф

Лазерные спеклы формировались с помощью твердотельного лазера, освещающего объект с длиной волны 532 нм и лазерным лучом диаметром 0,9 мм, на том же месте наблюдения, где освещало излучение лазерного монитора. Измеренное пороговое значение для инициирования лазерным излучением составляло около  $9 \text{ Вт/мм}^2$  для непрерывного излучения лазера DPSS. Лазерный монитор освещал место наблюдения диаметром около 1,5 мм импульсной энергией равной примерно  $0,4 \text{ мкДж/мм}^2$ . Измеренное пороговое значение составляло около  $12,6 \text{ мДж/мм}^2$  для излучения лазера на парах бромида меди. Таким образом, освещающее излучение системы формирования

изображения было намного меньше порогового значения инициирования; поэтому мы можем пренебречь его влиянием.

Отраженные лазерные спеклы быстро менялись из-за изменений шероховатости поверхности и структуры в области наблюдения. Скоростная монохромная камера Phantom Fastcam SA1.1 с объективом Canon Macro Lens EF 100 мм регистрировала серию лазерных спекл-изображений. Узкополосный фильтр на длину волны 532 нм служил для блокировки света усилителя яркости и светящегося света горения, обеспечивая регистрацию только спекл-изображений.

USB-камера ELP-U8BFHD01M-MFV использовалась для записи реального процесса горения одновременно с записью спекл-изображений и сигналов интенсивности средней яркости. Второй фотодиод Thorlabs DET10A/M (8 на рис. 2.21) регистрировал общую интенсивность собственного света, испускаемого образцом в процессе горения. Этот фотодиод помещали на расстоянии 10–20 см от образца, чтобы избежать его насыщения.

## **2.6. Объект исследования**

Основным объектом исследования в данной работе являлся нанопорошок алюминия и его смеси с микропорошком алюминия и нано- и микропорошками железа. Образцы нанопорошка помещались на алюминиевую пластину и были сформированы в виде параллелепипеда размером  $20 \times 5 \times 3$  мм<sup>3</sup> или  $20 \times 7 \times 3$  мм<sup>3</sup>. Вес образцов составлял более 3 грамм, чтобы обеспечить продолжительность горения, достаточную для визуальной диагностики.

Первые эксперименты были проведены с нанопорошком алюминия, который характеризовался следующими параметрами активности: температура начала окисления – 450 °С; степень окисления – 63,8 %; максимальная скорость окисления – 0,13 мас. %/°С, удельный тепловой эффект – 4995 Дж/г. Измерение распределения частиц по размерам проводили с помощью анализатора распределения частиц по размерам Shimadzu SALD-

7101 в изопропанолe (99,99 %). Распределение было почти логнормальным с максимумом 120 нм. Содержание металлических примесей в порошках не превышало 0,2 мас. %.

Кроме горения нанопорошка алюминия без добавок, в данной работе мы изучали также смеси нанопорошка алюминия с микронным порошком алюминия, нанопорошком железа и микропорошком железа (АСД-6М). Горение смесей с частичной заменой нанопорошков на микронные порошки представляет интерес, так как снижает стоимость керамических порошков, продуктов сгорания металлических смесей, которые используются для производства новых материалов. Изучение смесей порошков алюминия и железа также представляет практический интерес, поскольку железо оказывает каталитическое влияние на сжигание алюминия, а сжигание смесей порошков алюминия и железа происходит с большей скоростью. Нано- и грубодисперсные порошки в этой работе были смешаны в пропорциях, приведенных в табл. 2.2. Распределение частиц по размерам было примерно логарифмическим с максимумом 80 нм для нанопорошка алюминия, 2 мкм для микронного порошка алюминия, 110 нм для нанопорошка железа и 1 мкм для микронного порошка железа.

Таблица 2.2. Состав смесей

Смесь	Компоненты	наноAl, об. %	микроAl, об. %	наноFe, об. %	микроFe, об. %
1	наноAl	100	–	–	–
2	наноAl+наноFe	60	–	40	–
3	наноAl+АСД-6М+наноFe	30	30	40	–
4	наноAl+АСД-6М+микроFe	30	30	–	40

На рис. 2.22 показан внешний вид исходных смесей и их продуктов сгорания. Порошок наноAl+наноFe имеет ярко выраженный темный цвет по сравнению с другими порошками. Как правило, присутствие железа придает продуктам сгорания коричневый или желтый цвет. При сжигании порошков, содержащих алюминиевый микропорошок, на поверхности продуктов сгорания появляются полосы. Для порошков наноAl+наноFe и наноAl+АСД-

6M+микроFe высокотемпературная стадия горения начинается в месте воспламенения, поэтому она хорошо видна на продуктах. В случае nanoAl и nanoAl+АСД-6M+nanoFe место возникновения высокотемпературной ступени не имеет прямого отношения к месту воспламенения.

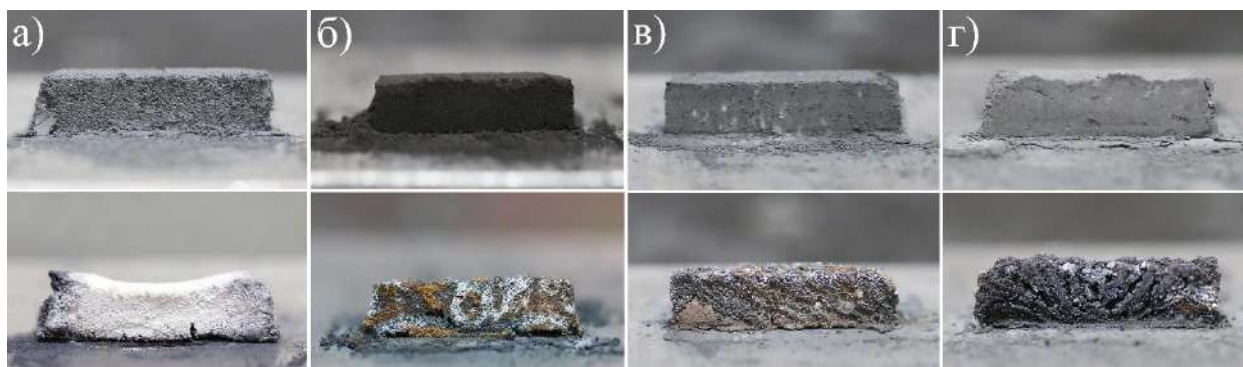
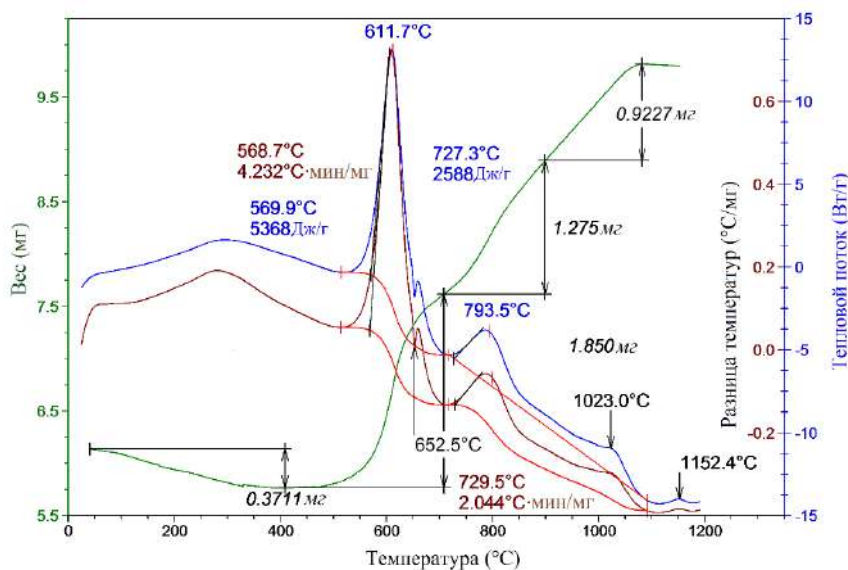
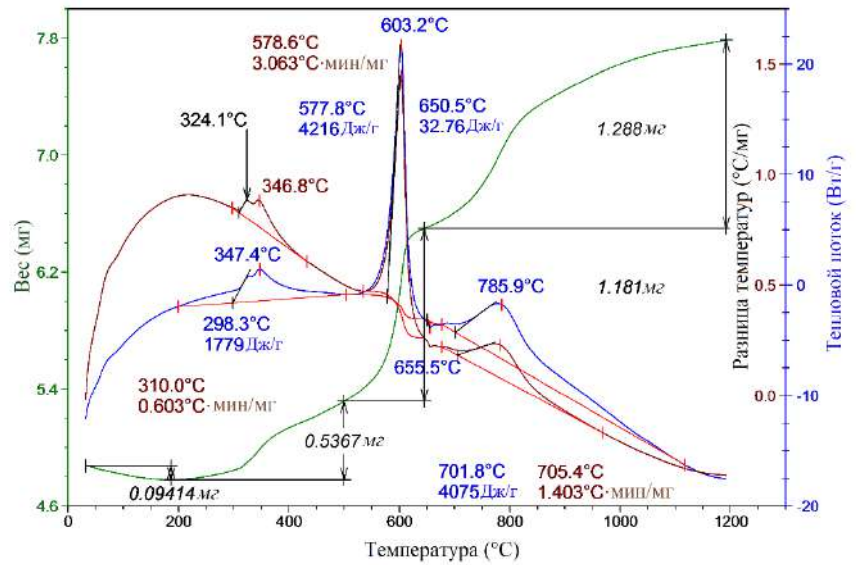


Рис. 2.22. Изображения образцов исходных порошков nanoAl (а), nanoAl+nanoFe (б), nanoAl+АСД-6M+nanoFe (в) и nanoAl+АСД-6M+мкFe (г) (верхние изображения) и продуктов их сгорания (нижние изображения)

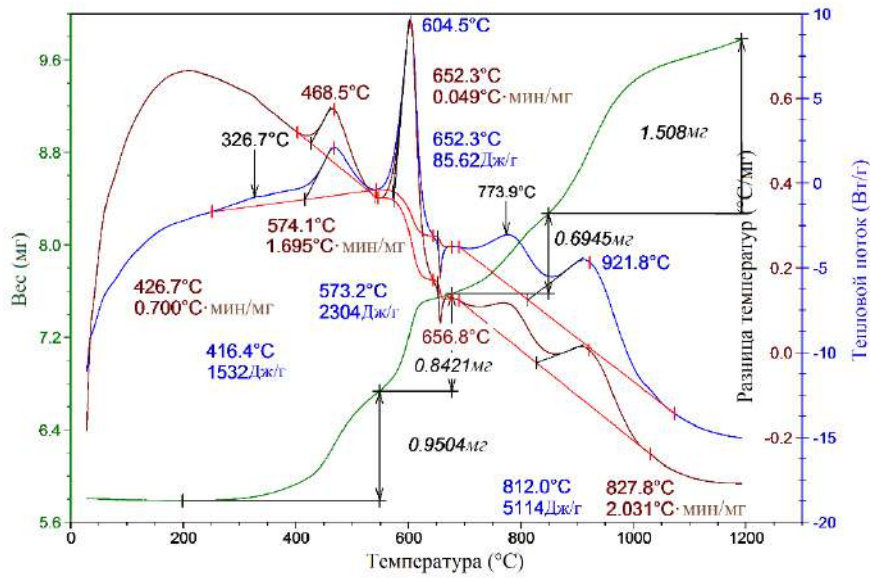
Определение энергетических характеристик исходных нанопорошков металлов осуществлялось с помощью термографического анализа. Результаты анализа нанопорошков, использованных в данной диссертационной работе, представлены на рис. 2.23. Использовался термоанализатор SDT Q600. Образцы анализировались при нагревании со скоростью 10 градусов в минуту в атмосфере воздуха, точность измерения составляла  $\pm 1,8\%$ .



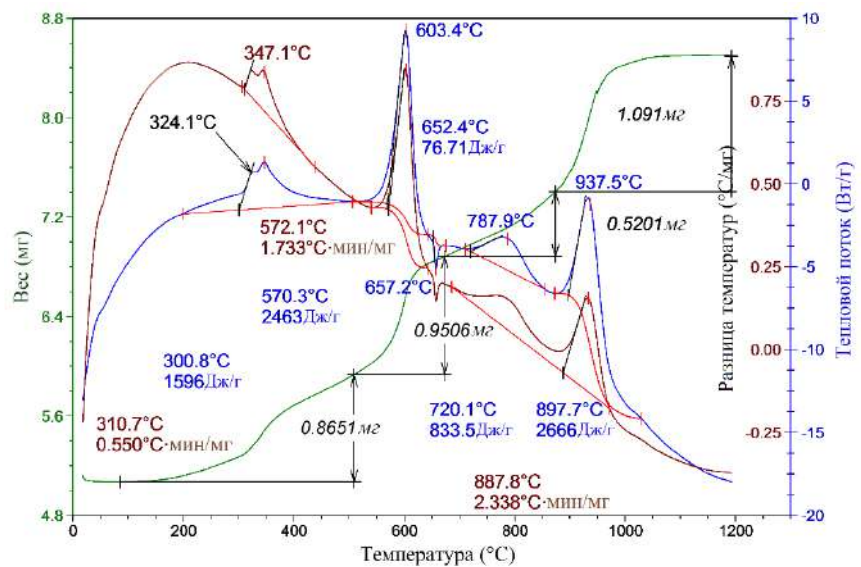
а



б



в



г

Рис. 2.23. Результаты термического анализа nanoAl (а), nanoAl+nanoFe (б), nanoAl+АСД-6М+nanoFe (в) и nanoAl+АСД-6М+микроFe (г)

## 2.5. Выводы по главе 2

При непосредственном участии автора были разработаны методы и методики исследований, а также лабораторные макеты оптических систем скоростной визуализации для исследования высокотемпературного горения нанопорошка алюминия и смесей на его основе.

Основной сложностью исследования таких объектов является интенсивная широкополосная фоновая засветка, препятствующая прямому визуальному наблюдению или наблюдению с использованием скоростных видеокамер. Для визуализации поверхности образца при высокотемпературном горении в диссертационной работе предлагается использовать несколько оптических схем на основе усилителя яркости на парах бромида меди и лазерной подсветки:

1. Традиционную схему лазерного монитора, усовершенствованную введением скоростного фотодиода для регистрации средней яркости изображений.

2. Схему лазерного монитора с увеличенной дистанцией мониторинга для исследования процессов, сопровождающихся разлетом продуктов сгорания.

3. Схему лазерного монитора с увеличенной дистанцией мониторинга и поворотной платформой для исследования распространения фронта горения на протяжении образца.

4. Схему лазерной подсветки со скоростной видеорегистрацией изображений горящего образца.

5. Схему лазерной подсветки с регистрацией спекл-изображений поверхности горящего образца с их последующей обработкой.

Объектами исследования являлись нанопорошок алюминия, смеси наноAl+наноFe, наноAl+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, наноAl+АСД-6М+наноFe, наноAl+АСД-6М+наноFe и модельное твердое топливо на основе микропорошка АСД-6М, горение которых протекает при высокой температуре и в ряде случаев сопровождается разлетом продуктов сгорания.



## **ГЛАВА 3. Исследование горения нанопорошков металлов и их смесей с использованием лазерной подсветки и лазерного монитора**

### **3.1. Исследование характеристик усилителя яркости**

Известно, что добавление активной примеси молекулярного водорода или галогеноводорода (HBr, HCl) имеет тенденцию сглаживать усиление и профиль генерации, устраняя падение интенсивности в центре пучка, обычно возникающее в лазерах с меди или бромида меди [62, 63]. В данной работе исследование характеристик усиления активной среды усилителя яркости проводилось с целью выявления влияния условий работы усилителя яркости и мощности накачки на профиль усиления и интенсивность пучка излучения и поиска оптимальных режимов визуализации.

Эксперименты по исследованию характеристик усилителей яркости проводились по схемам, отраженным на рис. 2.5. Результаты работы опубликованы в статьях [122, 137–140].

На рис. 3.1 показаны профили выходного излучения лазерного монитора при различных концентрациях примеси HBr. Измерения проводились при постоянной мощности накачки 1350 Вт и температуре контейнера с бромидом меди 490 °С. Влияние добавки HBr на характеристики разряда происходит в интервале парциальных давлений HBr от 0,1 до 0,2 Торр, что в нашем случае соответствовало температурному интервалу генератора HBr 90–110 °С. Поскольку система стабилизации температуры поддерживала только несколько фиксированных настроек, для измерения использовался следующий подход. Температура генератора HBr была установлена на 100 °С, что соответствовало парциальному давлению HBr  $\sim 0,15$  Торр и средней выходной мощности 8 Вт в плоскопараллельной полости. В процессе диффузии HBr в активную среду последовательно регистрировалась серия профилей выходного излучения лазерного монитора. Как только профиль излучения прекратил свое развитие (кривая 5 на рис. 3.1, *с*), настройку температуры генератора HBr повысили до 110 °С. Кривая 7 на рис. 3.1, *в*

соответствует стационарному состоянию с концентрацией примеси HBr в разрядной среде при температуре генератора HBr 110 °С. Любое дальнейшее повышение температуры приводило к сокращению разряда и нестабильной генерации. Только один профиль (кривая 8 на рис. 3.1, с) был зарегистрирован для температур генератора HBr выше 110 °С. Можно заметить значительное сокращение профиля выходного излучения усилителя яркости.

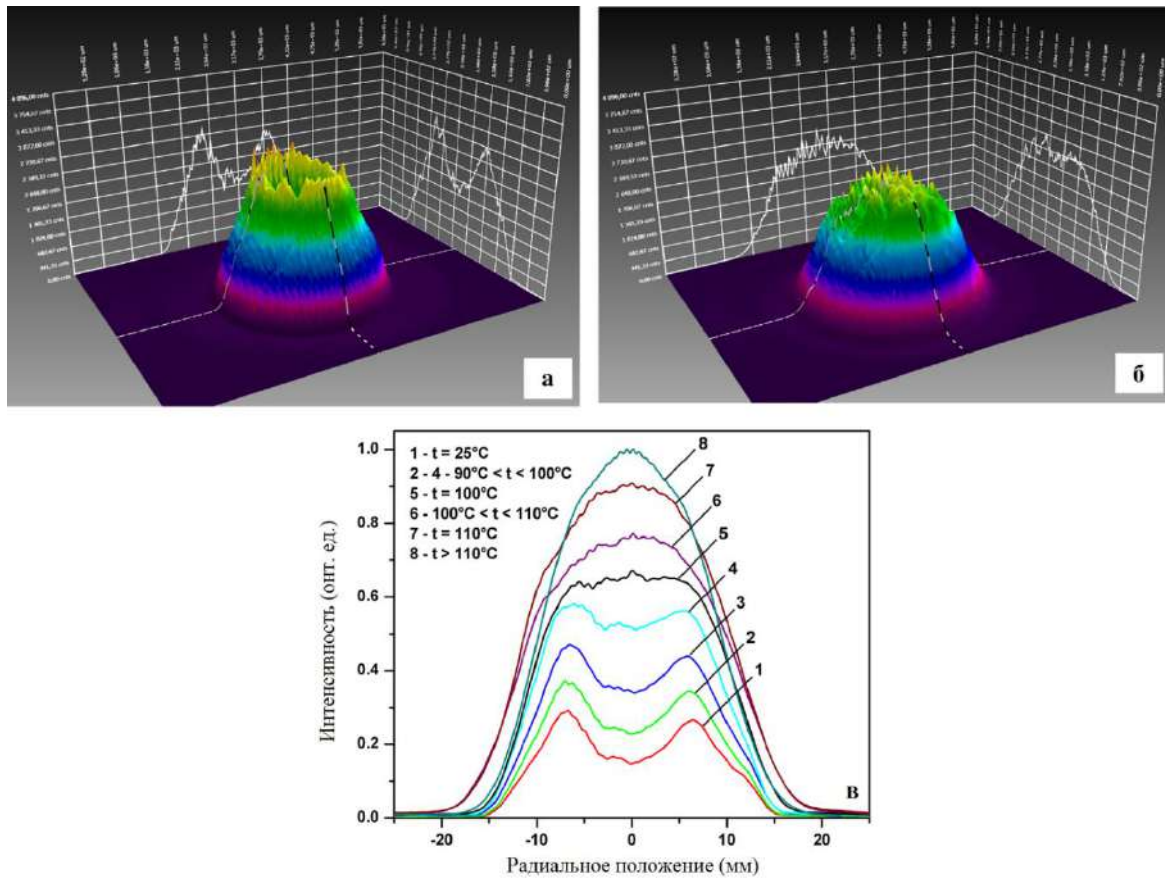


Рис. 3.1. Профили выходного излучения усилителя яркости при разной концентрации добавки HBr (кривые 1–8): а – HBr не добавлен; б – контейнер с цеолитом при 100 °С; с – все случаи. Мощность накачки – 1350 Вт, температура контейнера с бромидом меди – 490 °С

На рис. 3.2 представлена средняя мощность пучка сверхсветимости и выходного излучения усилителя яркости в зависимости от температуры контейнеров с бромидом меди. Для того, чтобы добавка HBr обеспечивала эффект усиления мощности генерации, мощность накачки активной среды должна превышать определенный порог, например около 1000 Вт для рассматриваемой разрядной трубки.

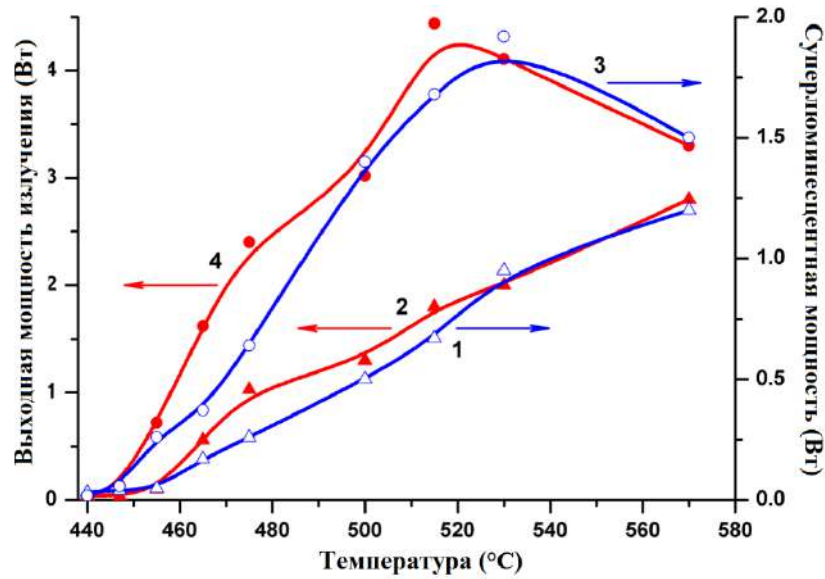


Рис. 3.2. Кривые средней выходной мощности излучения усилителя яркости и средней мощности сверхизлучения с добавкой HBr и без нее: 1 – излучение сверхсветимости без HBr; 2 – выходное излучение усилителя яркости без добавки HBr; 3 – излучение сверхсветимости с добавкой HBr; 4 – выходное излучение усилителя яркости с добавкой HBr. Мощность накачки – 1350 Вт

На рис. 3.3 представлены профили выходного излучения лазерного монитора при различных температурах контейнеров с бромидом меди без и с добавкой HBr (температура генератора HBr 110 °C).

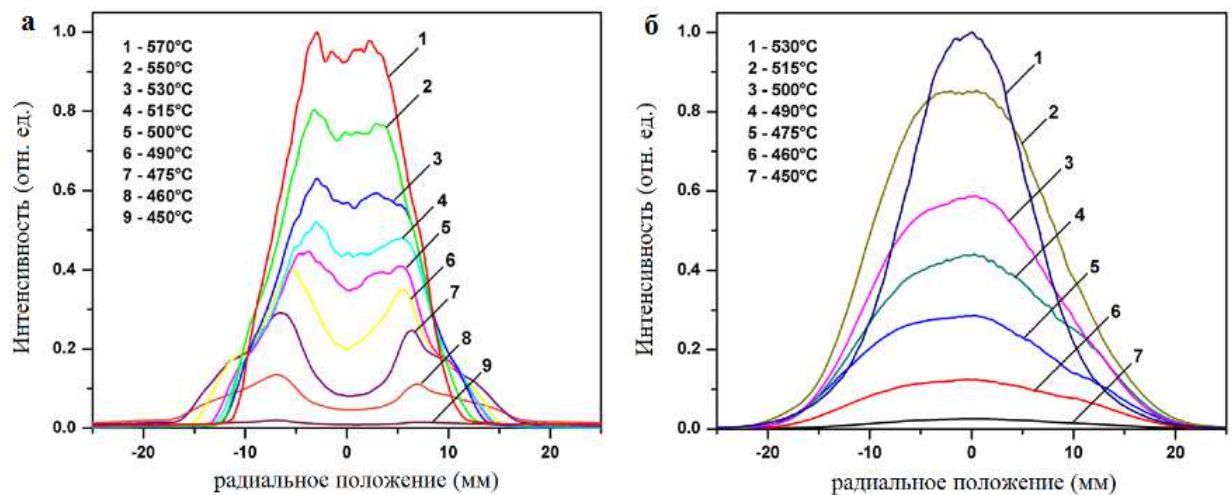


Рис. 3.3. Профили выходного излучения усилителя яркости при различных температурах контейнеров с бромидом меди без (а) и с (б) добавкой HBr (температура генератора HBr – 110 °C). Мощность накачки – 1350 Вт

В присутствии примеси HBr и при температурах контейнера с бромидом меди более 530 °C разряд сокращается и становится нестабильным. На рис.

3.3 можно увидеть, что увеличение концентрации паров бромида меди приводит к сокращению профиля излучения и становлению его более плоским. Самая плоская вершина профиля излучения наблюдается при температурах контейнера с бромидом меди 515–530 °С.

Анализ кривых на рис. 3.4 показывает, что добавка HBr в активную среду CuBr-лазеров, введенная для улучшения частотных и энергетических характеристик, также немного увеличивает двухпроходное усиление (отношение выходной мощности излучения лазерного монитора к мощности излучения сверхсветимости). Кроме того, добавление бромоводорода выравнивает профиль излучения при низких концентрациях паров бромида меди ( $T_{\text{контейнера}} \leq 500$  °С) и осевой провал в интенсивности излучения исчезает. При более высоких температурах емкостей с бромидом меди добавление примеси делает профиль излучения более резким. Следует подчеркнуть, что добавка HBr в концентрации, соответствующей температуре генератора HBr 100 °С, является оптимальной для использования этого активного элемента в лазерном мониторе, поскольку он обеспечивает наиболее равномерный профиль излучения. Высокие концентрации примеси HBr приводят к контрагированию профиля излучения и разряда.

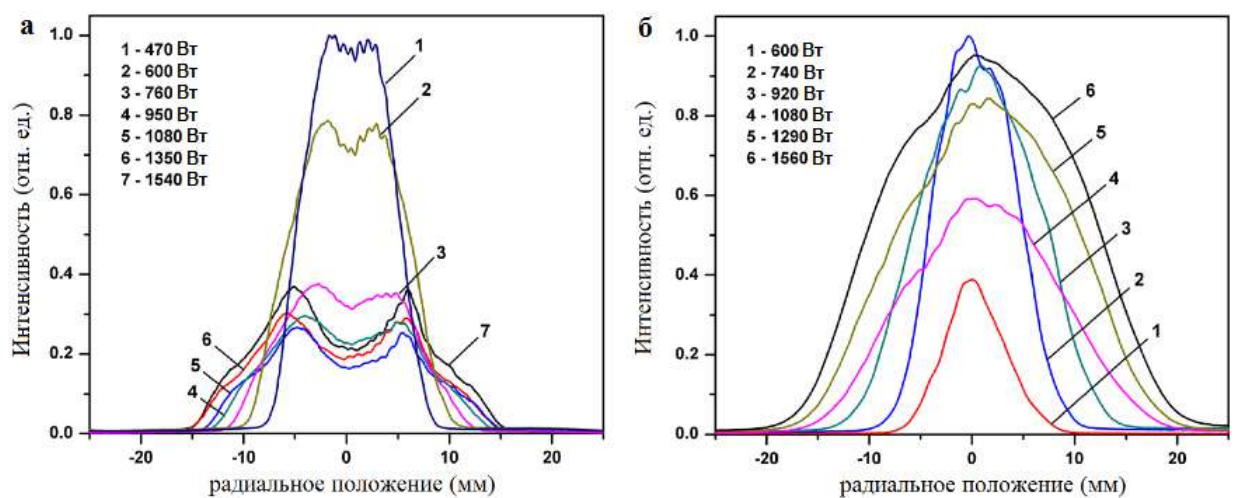


Рис. 3.4. Профили выходного излучения усилителя яркости при различных уровнях мощности накачки без (а) и с (б) добавкой HBr (температура генератора HBr – 110 °С). Температура контейнера с бромидом меди – 490 °С

В имеющейся ГРТ диаметром 5 см оптимальные условия соответствуют

средней выходной мощности излучения лазерного монитора: 1–1,8 Вт без HBr или 2,5–3 Вт с добавкой HBr, что меньше максимально достижимой мощности излучения. Эти значения соответствуют температурам контейнера для порошка CuBr 515–530 °С без HBr или 475–500 °С с HBr, что существенно ниже температур для максимальной средней мощности излучения в режиме генерации с плоскопараллельным резонатором.

Для исследования временного распределения профиля усиления провели эксперименты по схемам, отраженным, на рис 2.5, с использованием усилителя с длиной активной области 90 см и внутренним диаметром 5 см и усилителя с длиной активной области 40 см и диаметром 2,5 см. На рис. 3.5 показаны двухпроходные профили усиления с добавкой HBr и без нее для первого усилителя. Согласно данным на рис. 3.5, профиль без значительного падения интенсивности излучения в центре наблюдается, когда расстояние между зеркалом и усилителем яркости составляет до 1 м без добавки HBr и до 2 м с добавкой HBr. Это соответствует времени распространения излучения от выходной апертуры ГРТ к зеркалу и обратно в диапазоне 7–12 нс без HBr и до 18 нс с добавкой HBr.

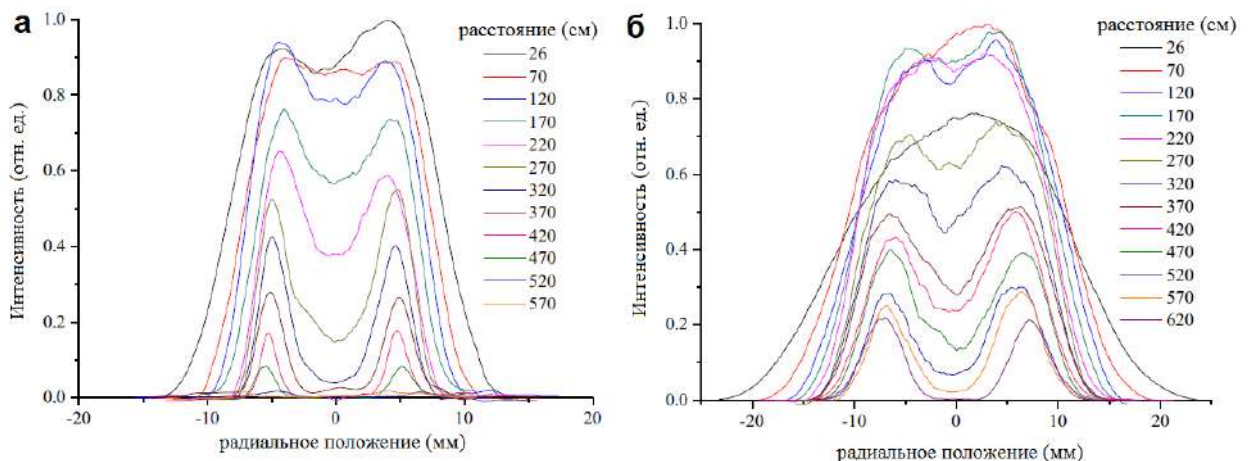


Рис. 3.5. Профили выходного излучения усилителя яркости на разном расстоянии зеркала от усилителя: а – не содержит HBr, температура контейнеров с бромидом меди 530 °С; б – контейнер с цеолитом при температуре 100 °С (оптимальной). Температура контейнера с бромидом – меди 515 °С, мощность накачки – 1220 Вт

На рис. 3.6 и 3.7 показаны формы импульсов, зарегистрированные в центре и по окружности луча, соответствующие тем же расстояниям, что и на

рис. 3.5. Формы сигналов четко показывают время, когда сигнал, отраженный от зеркала, приходит и снимает инверсию. Уровень интенсивности профиля, который записывается цифровой камерой в момент поступления отраженного сигнала, отслеживает интегральное значение мощности излучения, которое регистрируется фотодиодами. При увеличении расстояния от зеркала сначала интенсивность пучка увеличивается, как в центре, так и на периферии пучка, а затем уменьшается (с добавкой НВг). Снижение интенсивности сопровождается провалом излучения в центре пучка. На малых расстояниях провал обусловлен уменьшением длительности генерации в центре пучка при почти одинаковых амплитудах. На больших расстояниях амплитуда генерации резко уменьшается. Таким образом, можно сделать вывод, что инверсия в центре пучка исчезает раньше, чем на периферии.

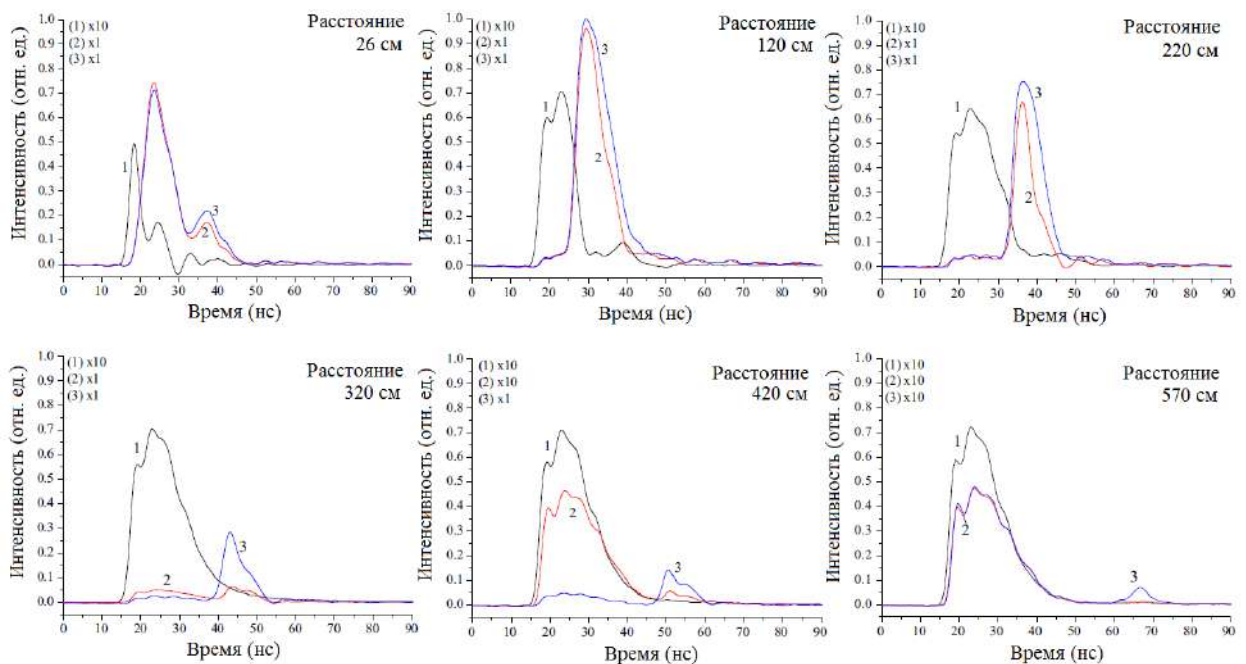


Рис. 3.6. Формы импульсов усиленного спонтанного излучения (1) и мощность отраженного излучения в центре (2) и на периферии (3) луча на расстоянии между зеркалом и усилителем без НВг. Температура контейнера с бромидом меди – 530 °С; мощность накачки – 1220 Вт

Из данных, представленных на рис. 3.5–3.7, следует, что в максимуме импульса излучения профиль излучения более однороден, а на фронте нарастания импульса близок к форме Гаусса. Когда мы помещаем объект

наблюдения (в данном случае зеркало) на более длинное расстояние, излучение возвращается в усиливающую среду позже, чем максимум усиления. Из данных на рис. 3.5–3.7 следует, что к концу импульса излучения профиль образует кольцевую форму и сужается почти в два раза как при наличии, так и при отсутствии легирования НВг. Положительный эффект добавки заключается в следующем: выше интенсивность; меньше ширина провала в центре; меньше относительная глубина провала; больше расстояние от объекта наблюдения, на котором исчезает генерация. Последняя особенность прежде всего связана с тем, что введение добавки почти удваивает длительность импульса генерации (время существования инверсии населенности), в частности, за счет уменьшения скорости возбуждения лазерных уровней в начале импульса возбуждения и увеличения времени релаксации резонансных уровней.

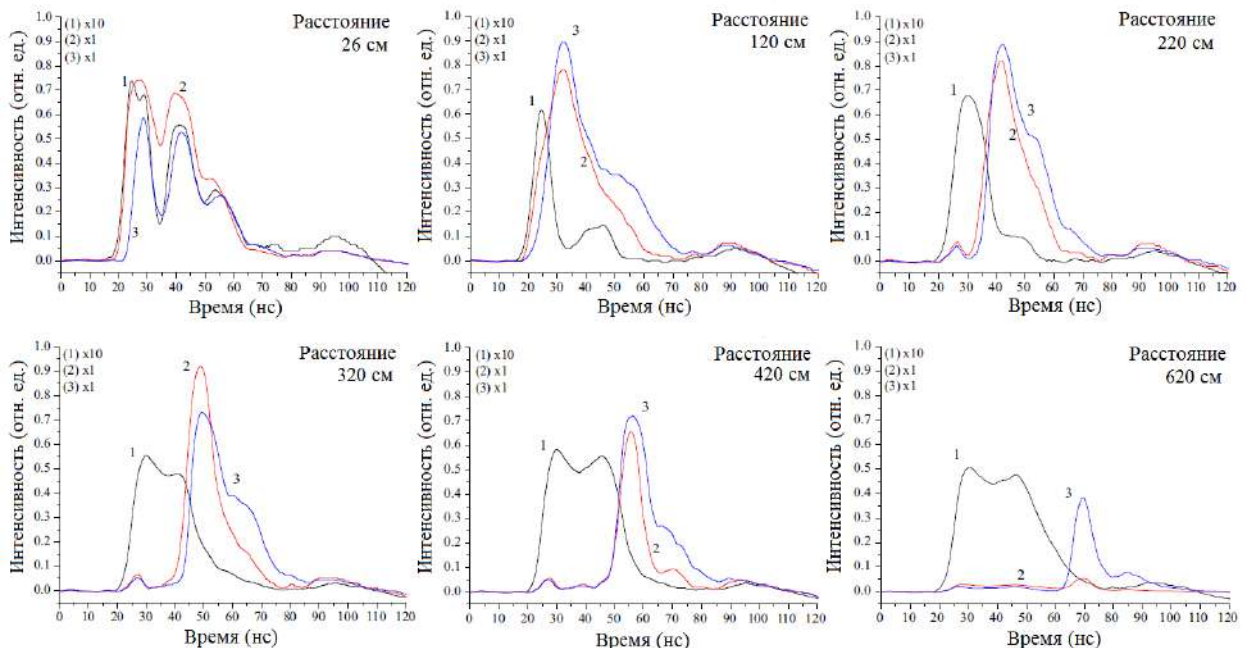


Рис. 3.7. Формы импульсов усиленного спонтанного излучения (1) и мощность отраженного излучения в центре (2) и на периферии (3) луча на расстоянии между зеркалом и усилителем с добавлением НВг. Температура контейнера с цеолитом – 100 °С, температура контейнера с бромидом меди – 515 °С, мощность накачки – 1220 Вт

На рис. 3.8 показаны профили излучения света двухпроходowego пучка для усилителя с маленькой ГРТ. Профили излучения без значительного

падения интенсивности в центре наблюдаются на расстоянии около 1 м между зеркалом и усилителем яркости. Затем при увеличении расстояния профиль сужается и становится отчетливо кольцеобразным. Интенсивность на оси падает почти до нуля.

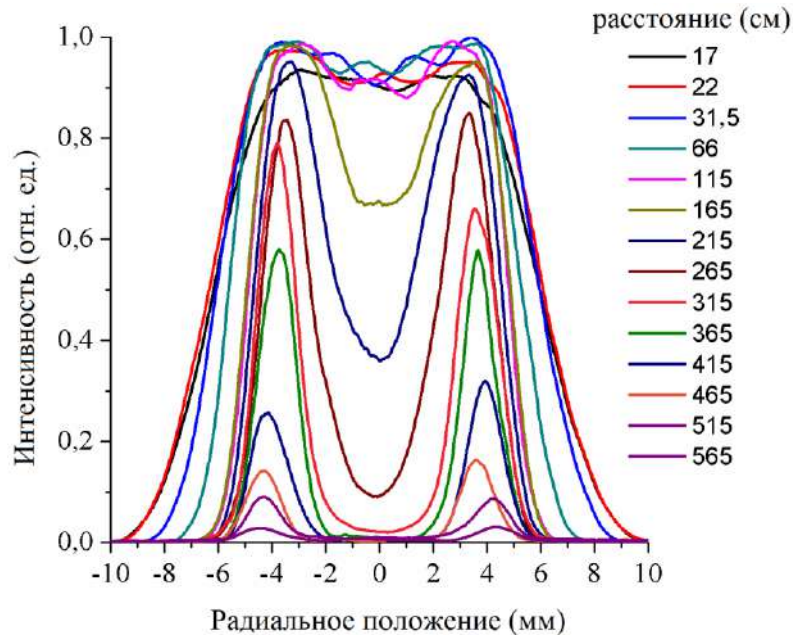


Рис. 3.8. Профили выходного излучения усилителя яркости на разных расстояниях зеркала от ГРТ. Мощность накачки – 600 Вт

## 3.2. Скоростная визуализация в собственном свете процессов горения различных нанопорошков в воздухе

### 3.2.1. Нанопорошок алюминия

По схеме, представленной на рис. 2.1, регистрировался собственный свет образца нанопорошка алюминия в процессе горения. На рис. 3.9 показаны фрагменты скоростной визуализации процесса горения нанопорошка алюминия в воздухе в его собственном свете. Горение инициировалось спичкой с левого края.

Из последовательности изображений видно, что процесс горения нанопорошка алюминия в воздухе протекает в два этапа. После инициирования (рис. 3.9, *a*) распространение тепловой волны сопровождается тусклым свечением. Это низкотемпературная стадия с температурой около 600–800 °С. Предположительно, окисление алюминия



преобладает в этой фазе. Затем процесс горения ускоряется и переходит в тепловой взрыв. Происходит повышение температуры до 2000–2100 °С при ярком свечении. Волна высокотемпературного горения распространяется вдоль верхней части образца, где поверхность взаимодействия порошка с воздухом больше. Важным примечанием для этого наблюдения является то, что вторая волна горения начинается примерно в том же месте объекта, где производится инициирование. Результаты опубликованы в работах [141, 142].

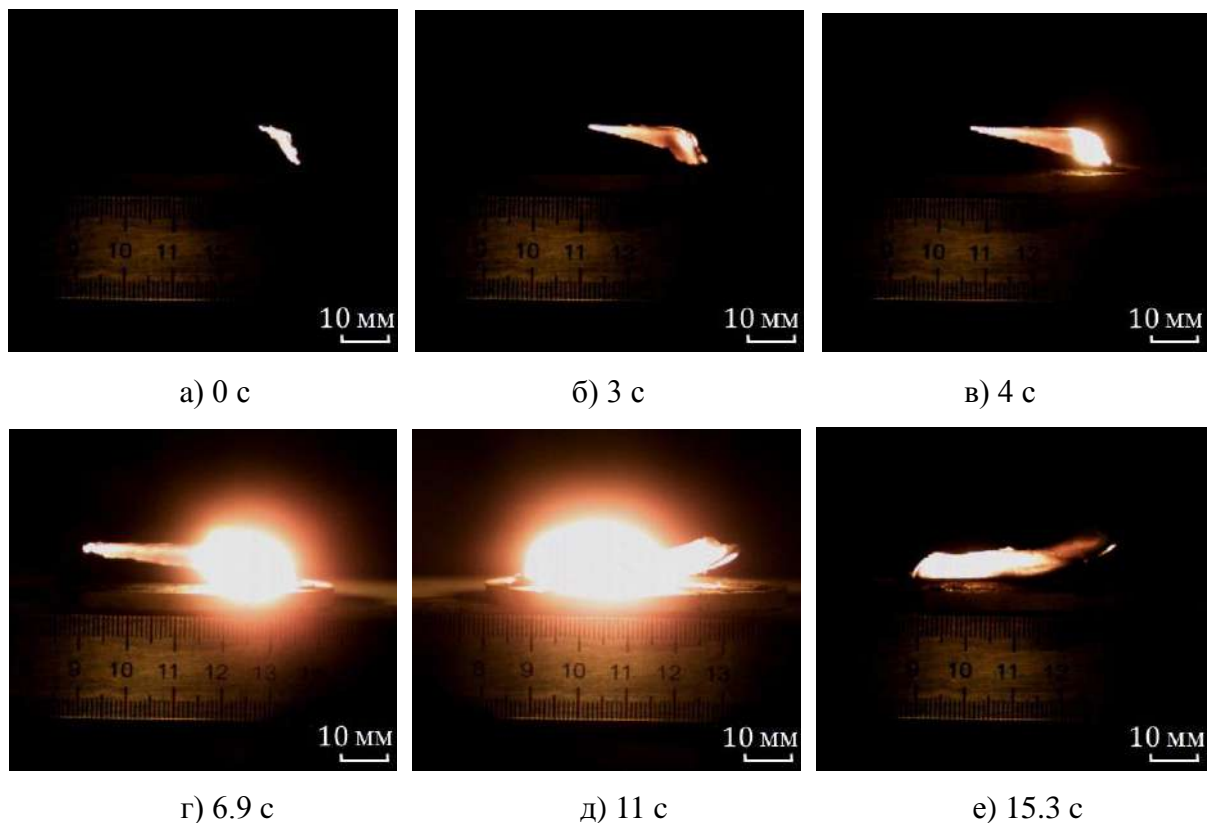


Рис. 3.9. Кадры скоростной визуализации горения нанопорошка алюминия в собственном свете в разные моменты времени: а, б – имеет место только низкотемпературная стадия сгорания; в, г – низкотемпературная стадия продолжается с правой стороны образца, высокотемпературная волна начинается и распространяется на левой стороне образца; д – окончание высокотемпературной стадии, начало охлаждения; е – охлаждение.

Наблюдение собственного свечения процесса горения были проведено также с использованием лазерного инициирования. По схеме, отображенной на рис. 2.2, получили скоростную запись горения нанопорошка алюминия в воздухе с лазерным инициированием, которая представлена на рис. 3.10. На полученных изображениях видно, что процесс горения нанопорошка

алюминия в воздухе начинается в месте инициирования. Затем тепловая волна с низкой температурой распространяется по образцу и сопровождается тусклым свечением. Когда волна распространяется до конца образца, возникает вторая волна с температурой до 2000–2100 °С. На этой волне процесс горения ускоряется и проходит через весь образец. Следует отметить, что в этом случае вторая волна появляется в двух областях одновременно. Это явление раньше не наблюдалось, когда инициирование осуществлялось открытым огнем. Результаты опубликованы в работе [143].

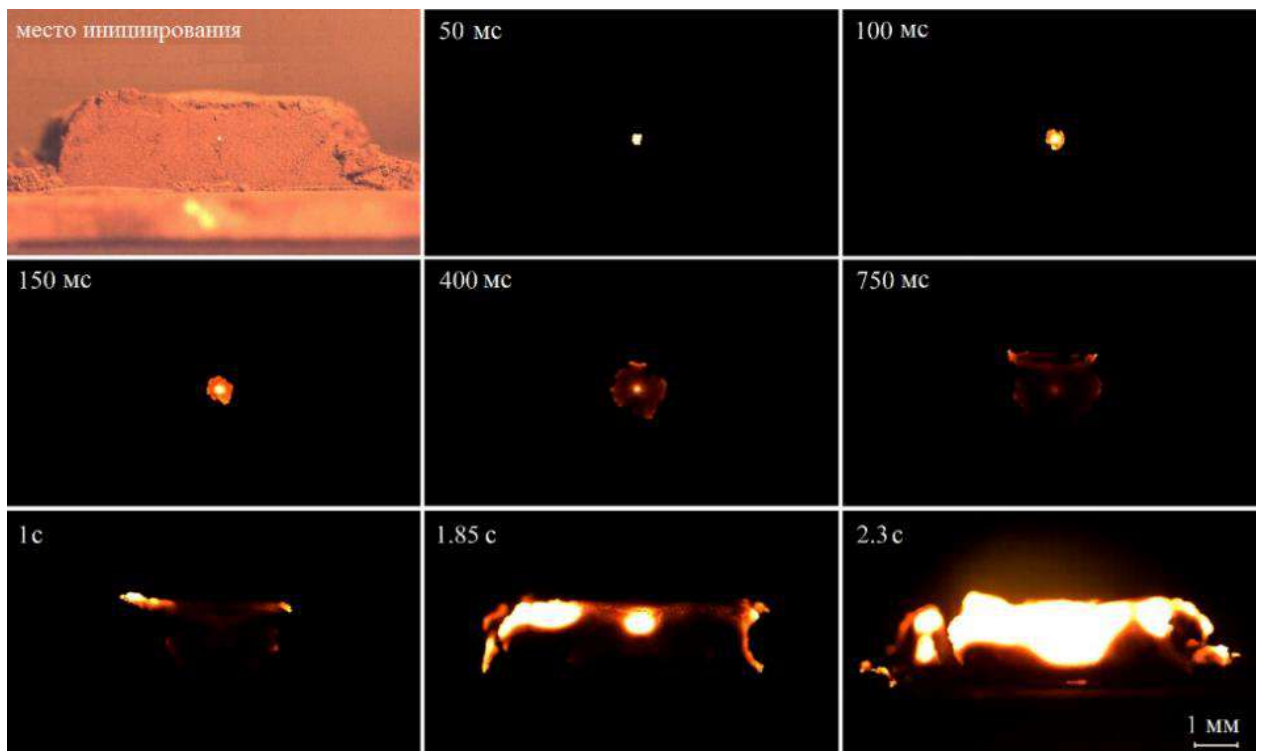


Рис. 3.10. Кадры скоростной визуализации горения нанопорошка алюминия, полученные в собственном свечении в разное время относительно инициирования горения. Инициирование отмечено как яркое пятно на верхнем левом изображении

### 3.2.2. Термитная смесь $\text{Al}+\text{Fe}_2\text{O}_3$

Собственное свечение процесса горения термитной смеси  $\text{Al}+\text{Fe}_2\text{O}_3$  наблюдалось с помощью схемы, представленной на рис. 2.1, когда инициирование осуществлялось открытым огнем. На рис. 3.11 представлены кадры скоростной видеозаписи процесса горения смеси нанопорошков  $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$  в воздухе в собственном свете. На кадрах записи мы можем

наблюдать процесс зажигания, распространение горения и охлаждение. Горение нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  протекает значительно быстрее, чем горение нанопорошка алюминия. В отличие от горения нанопорошка алюминия, невозможно различить две стадии высокотемпературного горения, наблюдаемые в собственном свете. Также видно, что процесс горения нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  сопровождается быстрым разлетом продуктов сгорания, которые представляют собой полые сферы диаметром до 3 мм. Разлет продуктов достигал 10 см и, к сожалению, привел к загрязнению поверхности объектива. Результаты опубликованы в работах [144, 145].

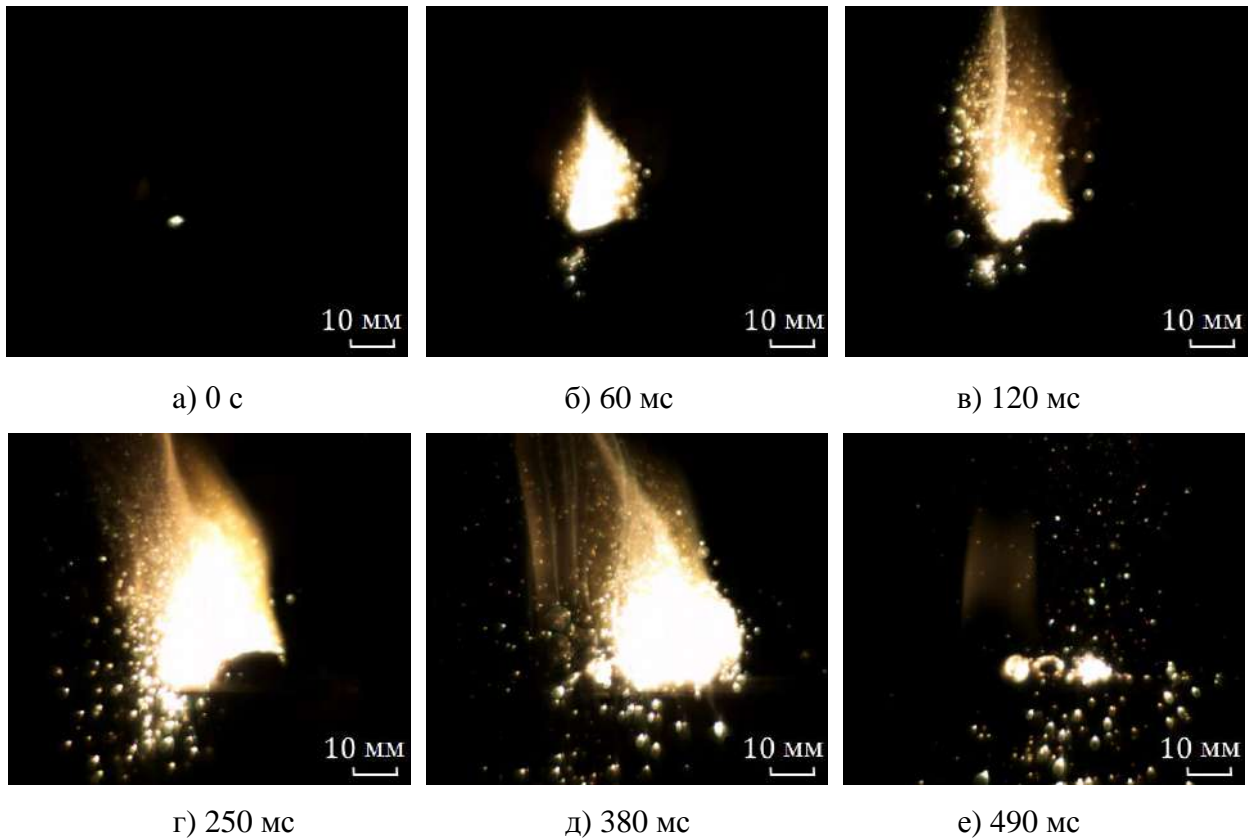


Рис. 3.11. Кадры скоростной видеозаписи горения нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  в собственном свете в разные моменты времени: а – инициирование спичкой; б–д – распространение горения; е – охлаждение

Скоростная визуализация в собственном свете позволяет наблюдать общий вид горения всего образца. Однако она не позволяет контролировать поверхность. Из-за яркой фоновой засветки, на основе изображений в собственном свете, можно только приблизительно оценить временные характеристики процессов.

### 3.2.3. Смеси $\text{наноAl}+\text{наноFe}$ , $\text{наноAl}+\text{АСД-6M}+\text{наноFe}$ , $\text{наноAl}+\text{АСД-6M}+\text{микроFe}$

Образцы порошков алюминиевых смесей в виде прямоугольной вытянутой формы помещали на алюминиевую подложку толщиной 4 мм аналогично исследованию порошков в предыдущих экспериментах. Образцы были приготовлены с использованием пресс-формы и имели примерно одинаковые размеры ( $20 \times 5 \times 3$  мм) для обеспечения удобного для измерений времени горения. Общий вид процесса горения различных порошков, записанных на USB-камеру с использованием схем, отраженных на рис. 2.9 и рис. 2.10, показан на рис. 3.12.

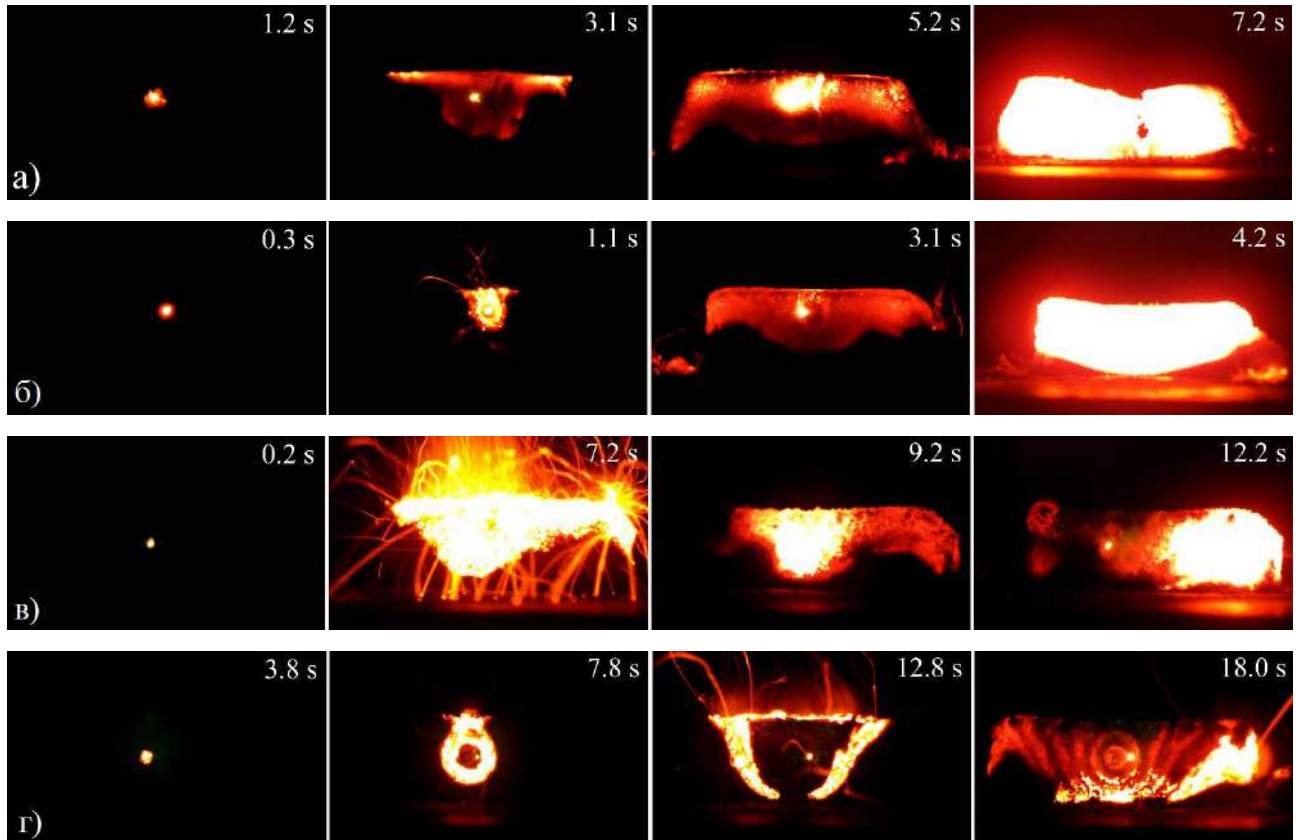


Рис. 3.12. Кадры скоростной съемки горения порошков  $\text{наноAl}$  (а),  $\text{наноAl}+\text{наноFe}$  (б),  $\text{наноAl}+\text{АСД-6M}+\text{наноFe}$  (в) и  $\text{наноAl}+\text{АСД-6M}+\mu\text{Fe}$  (г) в собственном свете в разное время относительно начала инициирования

Как следует из кадров видеозаписи, горение различных смесей протекает по-разному. Воспламенение и горение  $\text{наноAl}$  протекают плавно и равномерно. Горение смеси  $\text{наноAl}+\text{наноFe}$  происходит практически так же,

как и горение  $\text{наноAl}$ , за исключением начальной стадии. В начале происходит небольшой термический взрыв. Смеси нанопорошков с крупнодисперсными порошками горят неравномерно, локализация меняется, в некоторых случаях наблюдаются незначительные отлетающие продукты горения. При иницировании смеси  $\text{наноAl} + \text{АСД-6М} + \text{наноFe}$  наблюдается небольшой видимый нагрев в области лазерного воздействия, в течение 7 последующих секунд не происходит видимых изменений, затем происходит взрыв. Взрыв в центральной области затем гаснет, и взрыв происходит в стороне. Похожий вид горения имеет смесь  $\text{наноAl} + \text{АСД-6М} + \mu\text{Fe}$ , только горение имеет упорядоченный характер, распространяющийся кольцеобразно по направлению к краям образца.

### **3.3. Регистрация процесса горения нанопорошков с использованием лазерной подсветки**

#### **3.3.1. Нанопорошок алюминия**

Освещение образца зеленым излучением с одновременной фильтрацией в желто-красной области позволяет частично отфильтровать нежелательную засветку, создаваемую пламенем. Свет, которым освещается образец, и отраженный от образца свет имеет интенсивность больше, чем интенсивность излучения горящего образца на длине волны освещения.

На рис. 3.13 представлены кадры скоростной видеозаписи горения нанопорошка алюминия с использованием экспериментальной схемы (рис. 2.14). Мы можем видеть распространение первой и второй волн горения. Первая волна горения имеет интенсивность, немного большую, чем у исходного порошка; мы можем четко наблюдать её распространение. Вторая волна имеет гораздо более высокую интенсивность. Мы можем наблюдать её распространение, но поверхность позади него не видим. Кроме того, мы можем увидеть растрескивание образца, которое невозможно наблюдать в собственном свете. Хорошо видна обзорная картина. Например, виден процесс образования трещины. Нам не понравилось, что имеет место

спекл-картина с размером спеклов до 100 мкм, которая не позволяет исследовать мелкие детали поверхности. Результаты представлены в работах [143, 145].

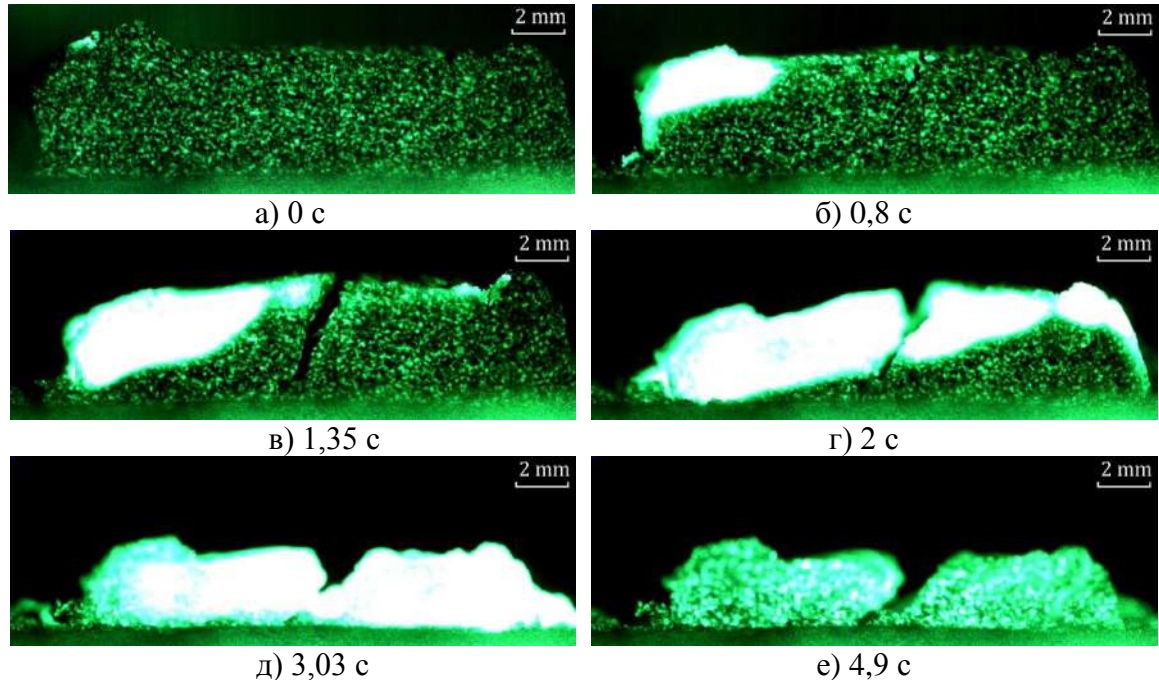


Рис. 3.13. Кадры скоростной визуализации горения нанопорошка Al в воздухе с лазерной подсветкой на длине волны 532 нм: а – инициирование; б–г – распространение первой и второй волн горения; д, е – охлаждение

На рис 3.14 приведены кадры скоростной видеозаписи горения нанопорошка алюминия с использованием экспериментальной схемы (рис. 2.15). Видно, что проблему с размером нежелательных спеклов удалось преодолеть благодаря применению расширителя пучка. В этом случае образующиеся спеклы имеют гораздо меньшие размеры. С использованием улучшенной схемы лазерной подсветки возможно качественно анализировать процесс горения алюминиевого нанопорошка. Наблюдается яркое свечение в трещинах, что указывает на более высокую температуру внутри них. Фронт второй волны сгорания также имеет более высокую температуру.

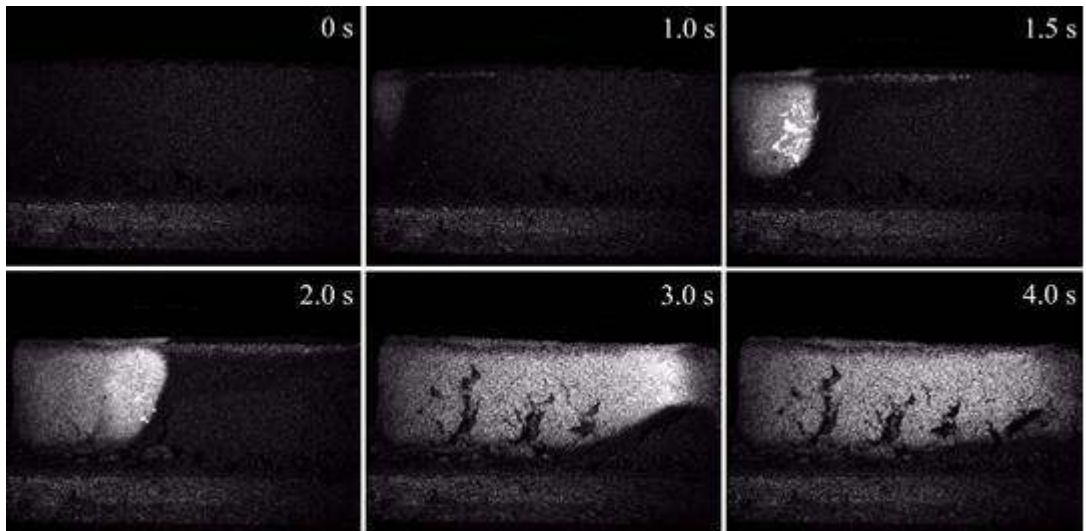


Рис. 3.14. Кадры скоростной визуализации горения нанопорошка алюминия, полученные при лазерной подсветке в разные моменты времени от начала зажигания с использованием оптической схемы с расширителем пучка

### 3.3.2. Смесь $\text{наноAl}+\text{наноFe}$ и термитная смесь $\text{наноAl}+\text{Fe}_2\text{O}_3$

Лазерная подсветка также использовалась нами для наблюдения процесса горения смесей нанопорошка алюминия с нанопорошком железа и нанопорошком оксида железа III. На рис. 3.15 при наблюдении за горением смеси  $\text{наноAl}+\text{наноFe}$  в собственном свете, обращает на себя внимание повышенная яркость в моменты вспышек в начале первой волны горения (0,5 секунды) и в трещинах на фронте горения.

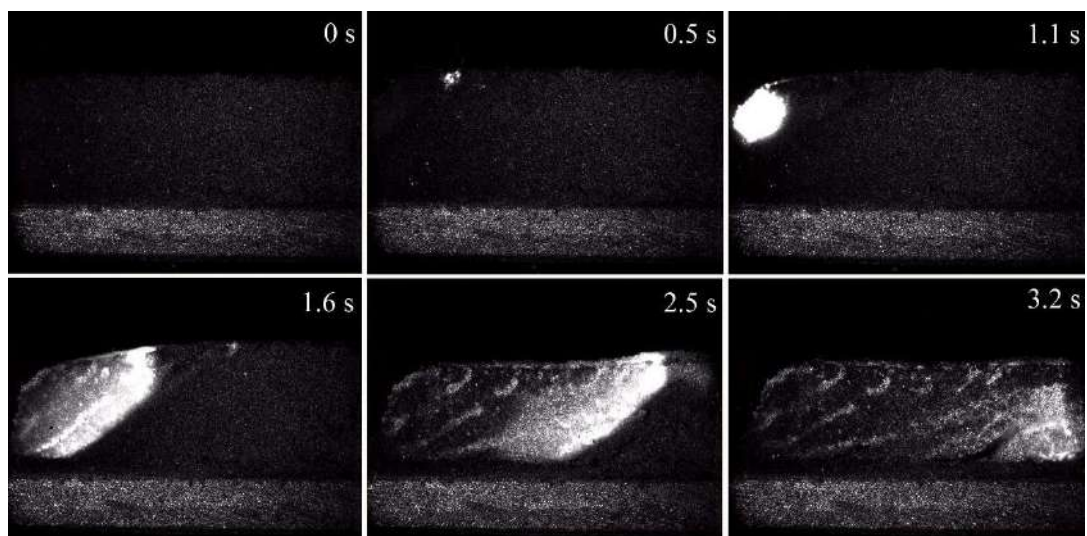


Рис. 3.15. Кадры скоростной визуализации горения смеси  $\text{наноAl}+\text{наноFe}$

На рис. 3.16 представлены кадры скоростной видеозаписи горения смеси нанопорошков  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$ . Используя лазерную подсветку, мы можем изучить стадии горения: начало горения, образование продуктов, разлет продуктов горения и охлаждение. Горение имеет одну различимую высокотемпературную стадию. Подобно процессу горения нанопорошка алюминия, поверхность образца остается практически невидимой за ярким свечением.

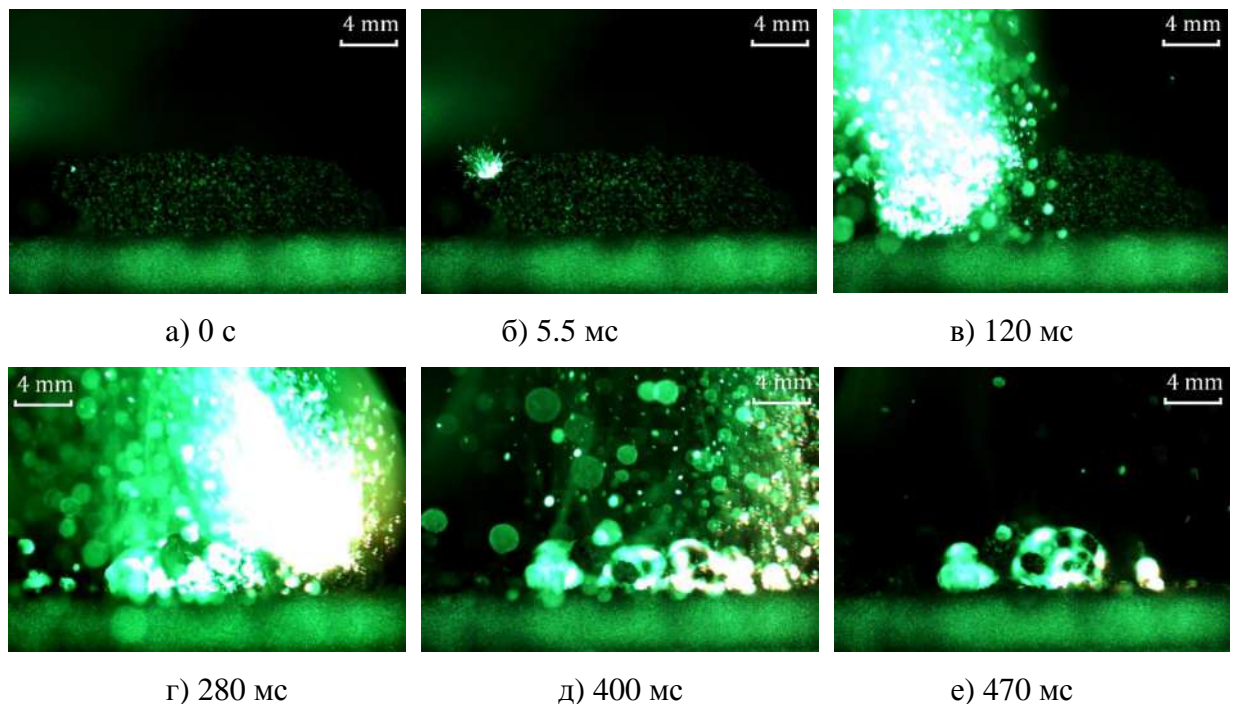


Рис. 3.16. Кадры скоростной визуализации горения нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  в воздухе с лазерной подсветкой на длине волны 532 нм: а – инициирование; б–г – распространение горения; д, е – охлаждение

На основании результатов наблюдений можно сделать вывод, что метод визуализации с внешним лазерным освещением хорош для панорамного обзора процессов. Это позволяет приблизительно оценить стадии и скорость процессов, охарактеризовать поведение образца при горении. Однако, чтобы полностью подавить фоновое освещение, необходимо увеличить мощность освещения и уменьшить пропускную способность фильтра. Ограничением является то, что мощность генерации более 5–10 мВт может влиять на процесс горения. Результаты представлены в работе [145].



### 3.4. Наблюдение процесса горения нанопорошков металлов с использованием лазерного монитора

#### 3.4.1. Нанопорошок алюминия

Несколько кадров скоростной записи процесса горения нанопорошка алюминия с использованием типичной схемы лазерного монитора (рис. 2.6) показаны на рис. 3.17. Результаты опубликованы в работах [141, 142].

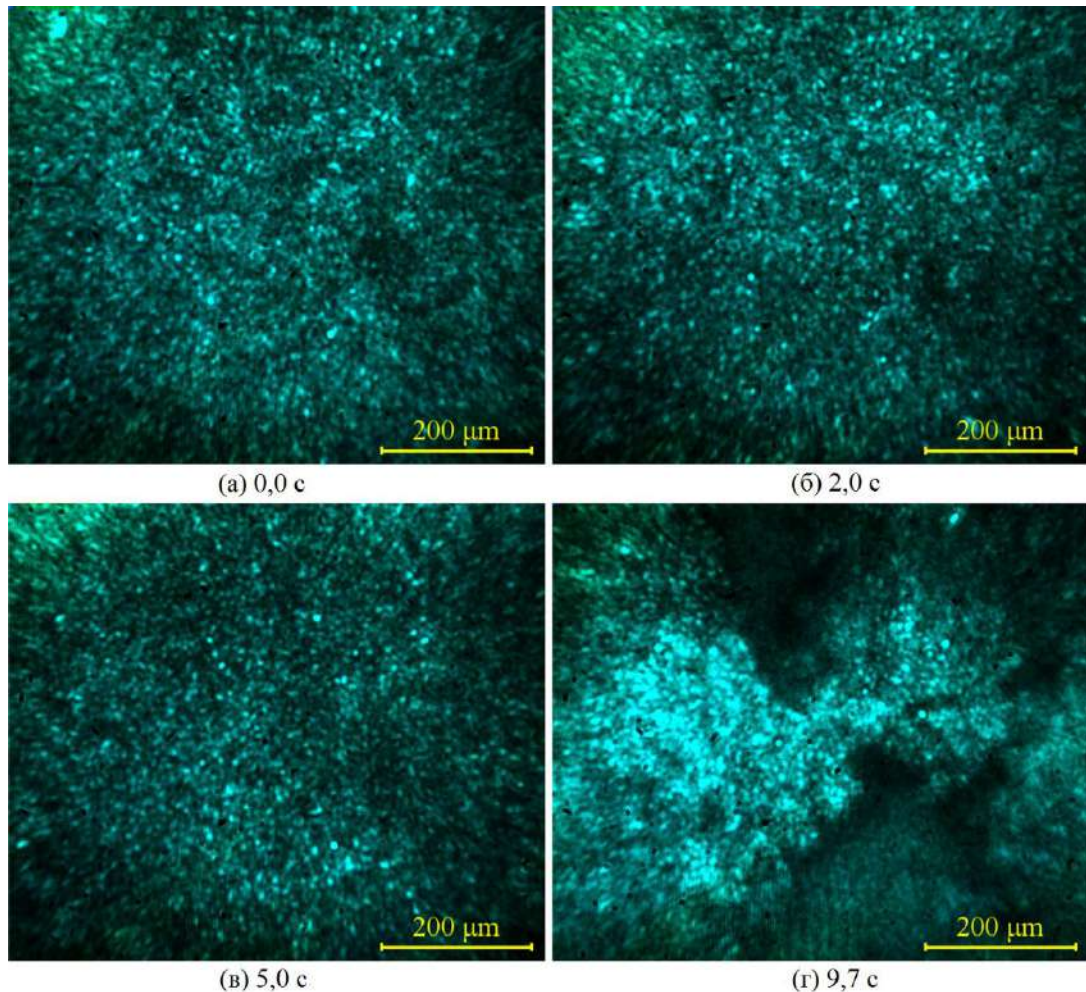


Рис. 3.17. Кадры скоростной видеозаписи горения нанопорошка алюминия, полученные с помощью лазерного монитора в разные моменты времени: а – начало записи; б, в – во время и после распространения первой волны горения; г – во время второй стадии горения

Поскольку нанопорошки имеют тенденцию к агломерации, структура поверхности образца, наблюдаемая до начала процесса горения, представляет собой группу агломератов с размерами в диапазоне 5–30 мкм. Структура поверхности образца после первой волны горения заметно не отличалась от исходной. Эти данные подтверждают утверждение о том, что участие

нанопорошка алюминия на первой стадии горения было минимальным и происходило в основном горение поглощенного водорода.

Первая волна горения трудно различалась при анализе статических изображений. Поскольку первая стадия горения не приводит к заметным изменениям в структуре поверхности образца, первую волну горения можно различить только динамически, то есть при видеозаписи, где она проявляется в виде небольшого возмущения на поверхности образца. Возмущение, наблюдаемое во время первой стадии горения, вызвано истечением газов с поверхности образца. Когда водород, содержащийся в нанопорошке алюминия, сжигался, водяной пар образовывался и выходил из зоны горения. Этот поток пара приводил к небольшим возмущениям на поверхности образца, то есть движущимся частицам, которые наблюдались в лазерный монитор.

После того, как первая волна горения распространилась по образцу, заметных изменений в структуре поверхности образца не было. Кроме того, никаких изменений в структуре поверхности образца не наблюдалось до тех пор, пока начало второй высокотемпературной стадии горения не привело к разрыву образца в данном конкретном случае. Интересно было наблюдать, что поверхность начала трескаться примерно через 8,8 с, то есть непосредственно перед прибытием второй волны горения в исследуемую область.

Обработка видеоизображений, полученных с помощью лазерного монитора, также позволила проанализировать изменения оптических свойств образцов при сгорании. В соответствии с принципом работы лазерного монитора изменение интенсивности выходного сигнала лазерного монитора, то есть общей яркости изображения, коррелирует с изменением коэффициента отражения наблюдаемого объекта.

Рис. 3.18 иллюстрирует временную эволюцию интенсивности выходного сигнала лазерного монитора во время горения нанопорошка алюминия. Из-за разрыва поверхности образца ограниченная часть кадров, где трещина не

появилась, использовалась для анализа. Анализировались изменения во временной зависимости интенсивности выходного сигнала лазерного монитора, которые сопоставлялись с исходной скоростной видеозаписью. На диаграмме выделены затемнением временные интервалы, соответствующие распространению первой и второй волн горения.

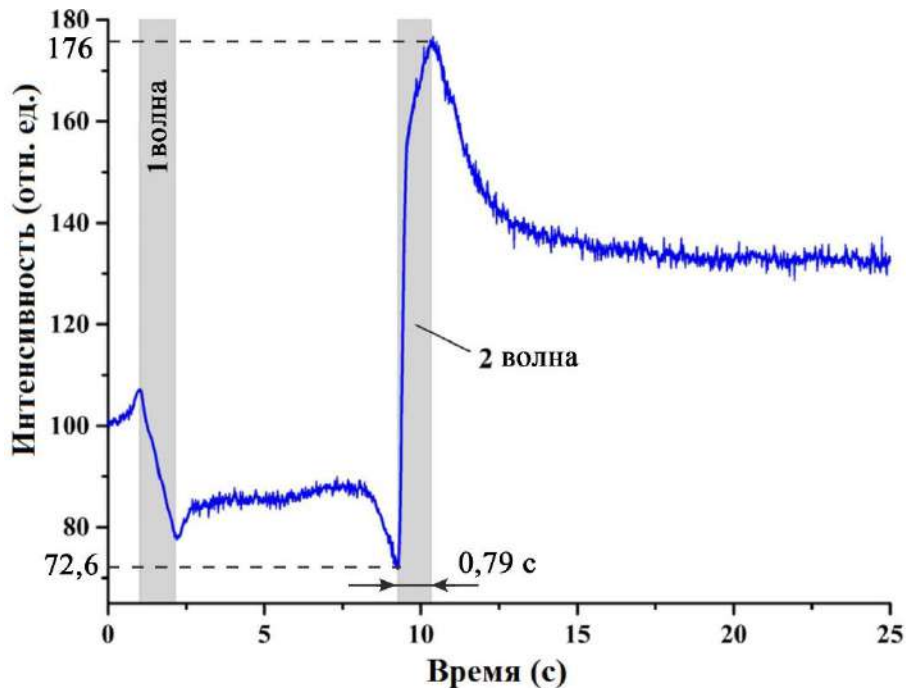


Рис. 3.18. Временная зависимость яркости изображений лазерного монитора при сгорании нанопорошка алюминия в воздухе

Согласно зарегистрированному видео, первая волна горения пересекла выбранную область, наблюдаемую лазерным монитором, между 1,0 и 2,1 с. В течение этого временного интервала на диаграмме наблюдается снижение интенсивности сигнала лазерного монитора примерно на 20 %. Максимальное изменение интенсивности равно 103,4 (отн. ед.). Разделив величину изменения на время, в течение которого произошло изменение (0,79 с), получаем изменение коэффициента отражения поверхности в режиме реального времени со скоростью нарастания до 180 %/с. Разрыв в зависимости приблизительно через 10 с вызван второй высокотемпературной волной горения. После того, как вторая волна горения распространилась через образец, на диаграмме наблюдается уменьшение интенсивности, подобное экспоненциальному затуханию. Эта стадия соответствует стадии

охлаждения образца. В связи с экспоненциальным уменьшением интенсивности выходного сигнала лазерного монитора и соответствующим уменьшением коэффициента отражения поверхности образца мы пришли к выводу, что процессы кристаллизации должны происходить на этой стадии. Сравнивая интенсивность сигнала в начале и в конце горения, мы пришли к выводу, что коэффициент отражения конечного продукта сгорания увеличился примерно на 30 % по сравнению с исходными реагентами. Максимальное изменение коэффициента отражения поверхности горящего образца нанопорошка, определенное на основании яркости изображений, формируемым лазерным мониторов, составило до 2,5 раза при скорости нарастания до 180 %/с.

Для исследования лазерного инициирования процесса горения нанопорошка алюминия мы использовали схему на рис 2.7. Результаты опубликованы в работах [143, 146, 147].

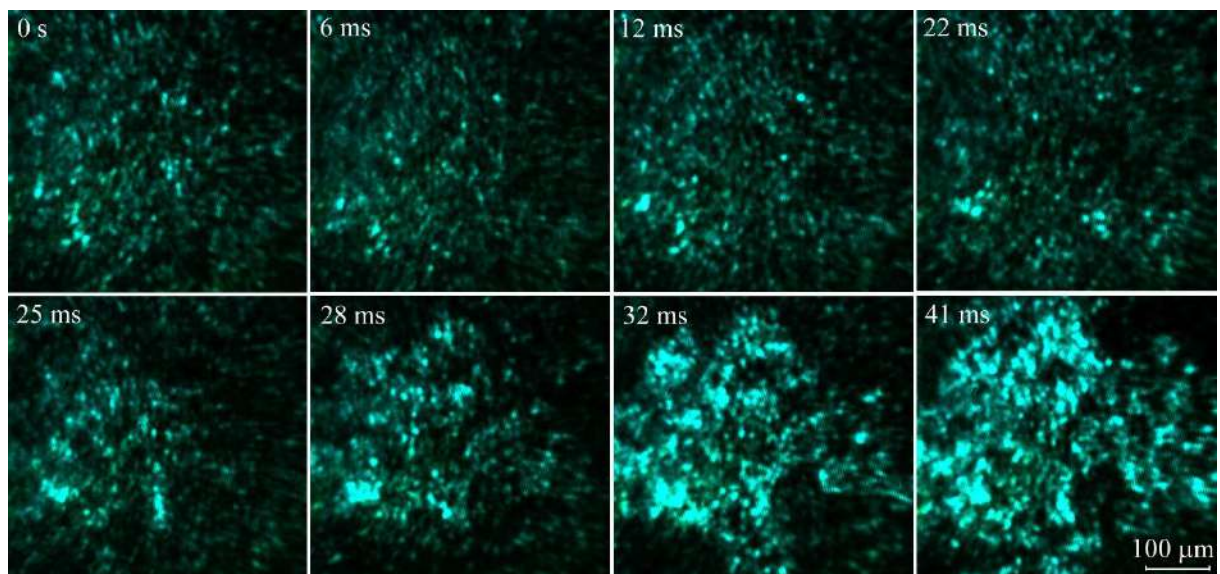


Рис. 3.19. Кадры скоростной видеозаписи горения нанопорошка алюминия, полученные лазерным монитором в месте инициирования лазера в разное время. Первое изображение соответствует началу лазерного инициирования

На рис. 3.19 представлены некоторые ключевые кадры скоростной записи горения нанопорошка алюминия, полученные лазерным монитором, когда инициирование находится в зоне обзора лазерного монитора. Для формирования изображения использовался объектив с фокусным

расстоянием 80 мм. Площадь наблюдения составляла около 0,5 мм<sup>2</sup>. Начальные кадры показывают, что поверхность дрожит, затем темнеет центр, место воздействия инициирующего лазера и, наконец, появляются яркие (с большим отражением) агломераты, заполняя поле наблюдения.

На рис. 3.20 показаны кривые средней яркости изображений, записанных с помощью экспериментальной установки, изображенной на рис. 2.7. Данные были нормализованы таким образом, чтобы значения 0,0 и 1,0 на графике соответствовали минимальному и максимальному значению сигнала фотодиода на первой и второй волнах горения. Цифровая видеозапись началась одновременно с открытием механического затвора.

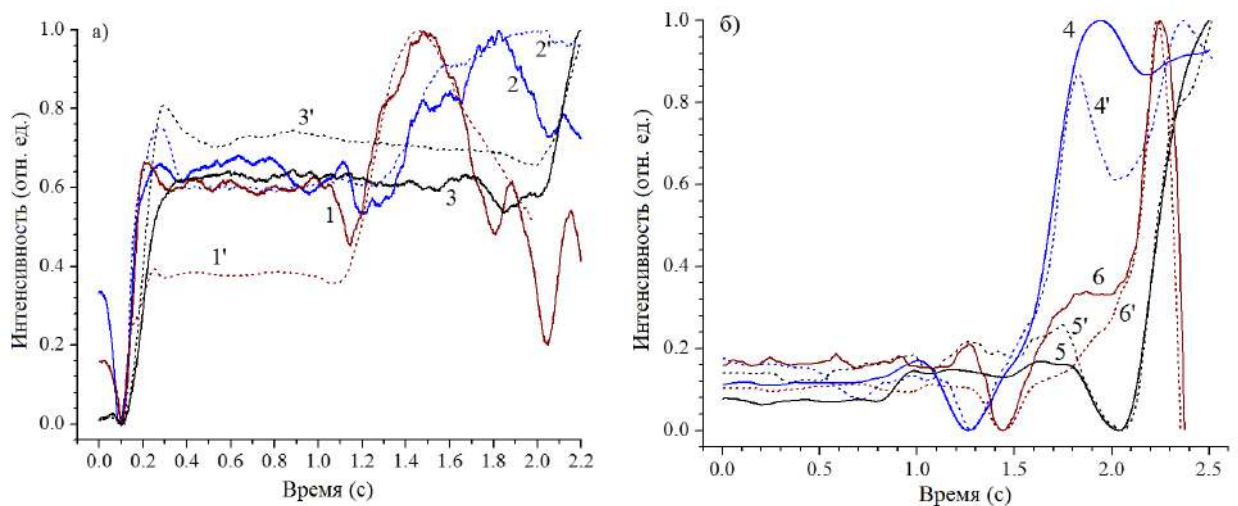


Рис. 3.20. Средняя интенсивность изображений скоростных записей горения образцов нанопорошка алюминия: а – наблюдение в области лазерного инициирования; б – наблюдение в центральной зоне с инициированием на краю образцов; 1–6 – кривые, зарегистрированные фотодиодом (14 на фиг. 1); 1'–6' – расчетные кривые на основе видео

Как видно из рис. 3.20, стадии горения в месте наблюдения четко обозначены. Причем различия в отражательной способности в зависимости от места наблюдения не наблюдаются. При контроле в месте инициирования первая низкотемпературная стадия горения начинается сразу после включения инициирующего лазера (рис. 3.20, а). Распространение волны горения сопровождается увеличением отражения. Затем интенсивность остается стабильной в течение некоторого времени, пока она не начнет уменьшаться из-за движения порошка. Следующее увеличение интенсивности указывает на начало второй стадии горения. Когда

иницирование осуществляется за пределами области наблюдения, первая волна достигает области наблюдения через некоторое время (рис. 3.20, б). Фронт первой волны показывает уменьшение интенсивности. Порошок может перемещаться между первой и второй волнами горения, изменяя интенсивность. В начале второй волны горения происходит быстрое увеличение интенсивности сигналов. Резкий спад на кривых б и б' (рис. 3.20, б) соответствует разрыву образца в месте наблюдения.

### 3.4.2. Смесь нанопорошка алюминия с микропорошком алюминия и термитная смесь $\text{nanoAl}+\text{Fe}_2\text{O}_3$

При лазерном инициировании смеси нанопорошков  $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$  (рис. 3.21) также наблюдается небольшое движение поверхности и небольшое затемнение в области лазерного воздействия. Кроме того, появляются сферические продукты сгорания (оксид железа и оксид алюминия), отлетающие от образца. Результаты показывают, что первая волна горения нанопорошков возникает при лазерном инициировании непосредственно в месте лазерного воздействия.

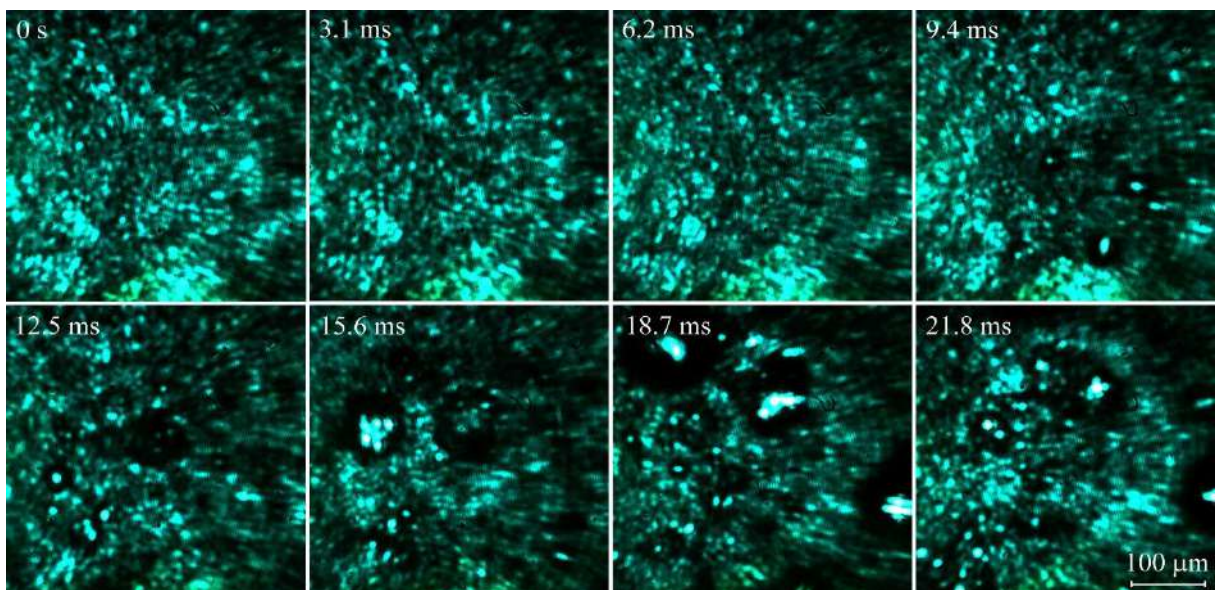


Рис. 3.21. Кадры скоростной записи горения нанопорошка  $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ , полученные лазерным монитором при случае инициирования лазера в разное время. Первое изображение соответствует началу лазерного инициирования

На рис. 3.22 показаны изменения интенсивности сигнала лазерного монитора при наблюдении нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  и образцов смеси микро- и нанопорошка алюминия. Кривая 1 на рис. 3.22, а соответствует случаю, когда продукты разлетелись по сторонам, но одна из сфер вернулась в зону наблюдения: интенсивность увеличилась после предыдущего уменьшения. Для кривой 2 продукты горения частично остались в месте наблюдения. Кривая 3 представляет случай, когда в месте наблюдения не осталось продуктов сгорания. Как правило, горение образцов  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  происходит с высокой скоростью в течение примерно 0,5 секунды. Горение смеси микро- и наноалюминия происходит значительно медленнее, чем наноAl и  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$ . Кривые показывают определенные особенности, которые позволяют анализировать протекание процессов. Например, резкое снижение интенсивности на второй стадии горения (примерно через 15 секунд после инициирования) на кривой 1 на рис. 3.22, б соответствует растрескиванию образца в месте наблюдения.

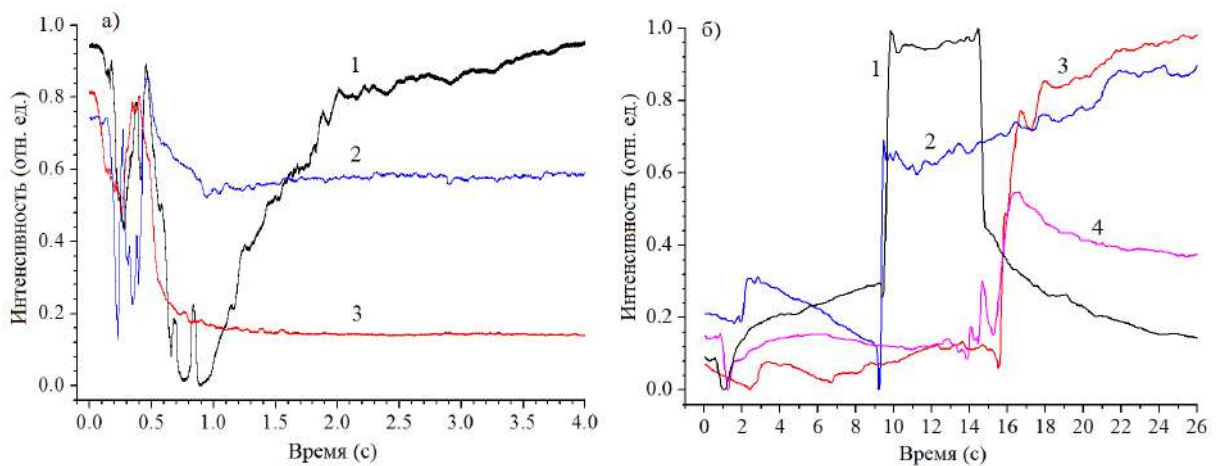


Рис. 3.22. Средняя интенсивность изображений скоростных записей горения нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  (а) и смеси микро- и нанопорошков алюминия (б) при мониторинге в области лазерного инициирования и регистрации фотодиодом

На рис. 3.23 приведены кривые яркости горящей смеси нанопорошков  $\text{Al-Fe}_2\text{O}$  и смеси микро- и нанопорошка алюминия. Импульсы длительностью 50 мкс в начале кривых на рис. 3.23 – это иницирующее излучение.

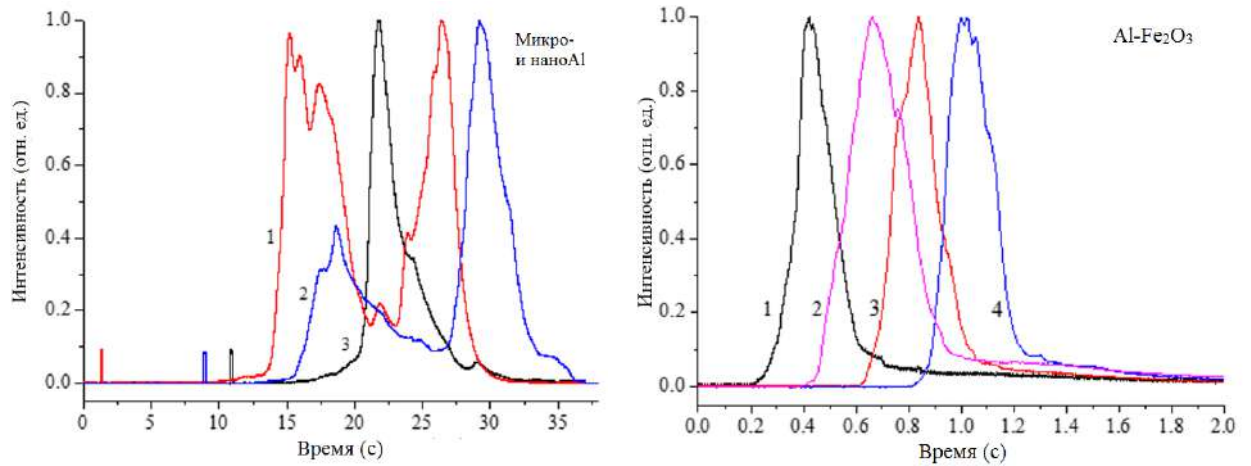


Рис. 3.23. Яркость смеси микро- и нанопорошка алюминия, нанопорошка  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  в зависимости от времени, зарегистрированного фотодиодом

Временные параметры и характер горения значительно различаются между образцами. Смесь  $\text{Al-Fe}_2\text{O}_3$  сгорает в течение 0,5–0,6 с и течет в одну фазу, а наноалюминий горит в течение 8–12 с в две фазы, образцы различаются по яркости. Смесь микро- и наноалюминия горит более 20 секунд с заметными изменениями яркости. Наблюдения показали, что такие изменения в основном связаны с началом и распространением второй высокотемпературной волны. Может быть одна локализация горения в месте инициирования с изменением температуры горения или может быть несколько высокотемпературных локализаций, в которых горение возникает с определенной задержкой.

Полученные в ходе исследования оптических характеристик поверхности горящих образцов результаты легли в основу патентов [148–150].

### 3.4.3. Дистанционное наблюдение горения смесей наноAl, наноAl+наноFe, наноAl+АСД-6М+наноFe, наноAl+АСД-6М+микроFe

Наблюдая непосредственно за процессом горения (рис. 3.14), мы наблюдаем свечение плазменного слоя над поверхностью объекта, в то время как мы не можем напрямую получить информацию об изменениях поверхности. Кроме того, идентифицировать начало или конец конкретной



стадии горения можно только тогда, когда поверхность нагревается или охлаждается, то есть непосредственное наблюдение за процессом горения является инерционным. В отличие от прямого наблюдения, лазерный монитор позволяет нам регистрировать свет, отраженный от поверхности на длине волны генерации, поэтому мы можем записывать изменения на поверхности с высокой частотой кадров, определяемой только частотой работы усилителя яркости.

На рис. 3.24, *а* представлены изображения поверхности горящего образца нанопорошка алюминия, полученные с использованием обычного лазерного монитора, как показано на рис. 2.7. На рис. 3.24, *б* показаны изображения поверхности второго горящего образца нанопорошка алюминия с использованием удаленного лазерного монитора, как показано на рис. 2.10. Наблюдение проводилось непосредственно в месте инициирования. Аналогично на рис. 3.25–3.27 показаны кадры видеозаписи горения порошков  $\text{наноAl} + \text{наноFe}$ ,  $\text{наноAl} + \text{АСД-6М} + \text{наноFe}$  и  $\text{наноAl} + \text{АСД-6М} + \text{микроFe}$ .

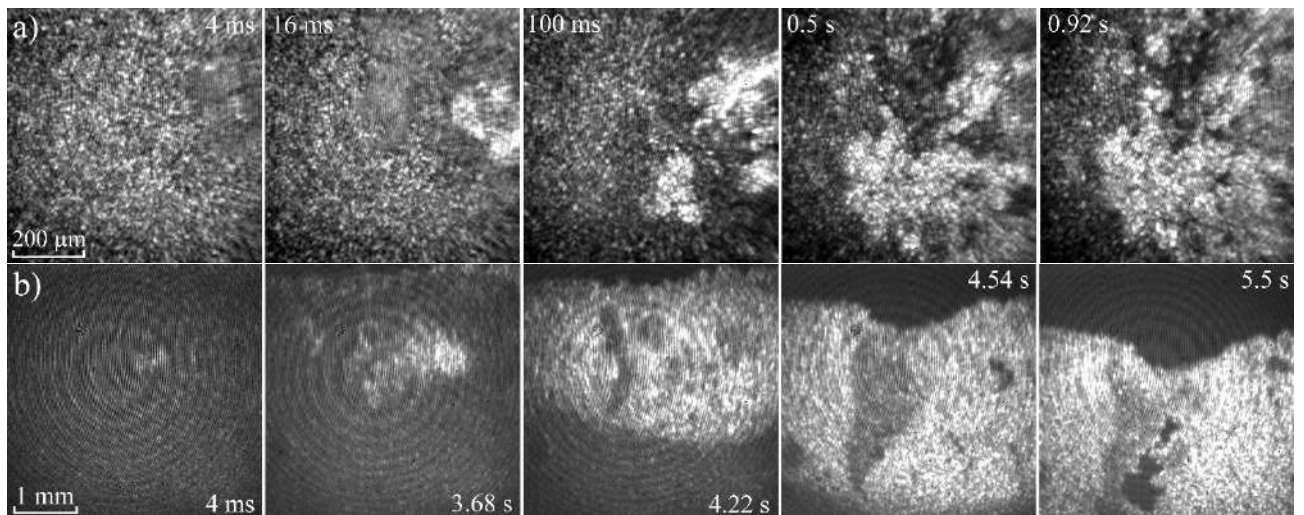


Рис. 3.24. Кадры скоростной съемки горения нанопорошка Al, полученные с помощью лазерного монитора по обычной (*а*) и зеркальной (*б*) схемам. Время отсчитывается от начала лазерного инициирования

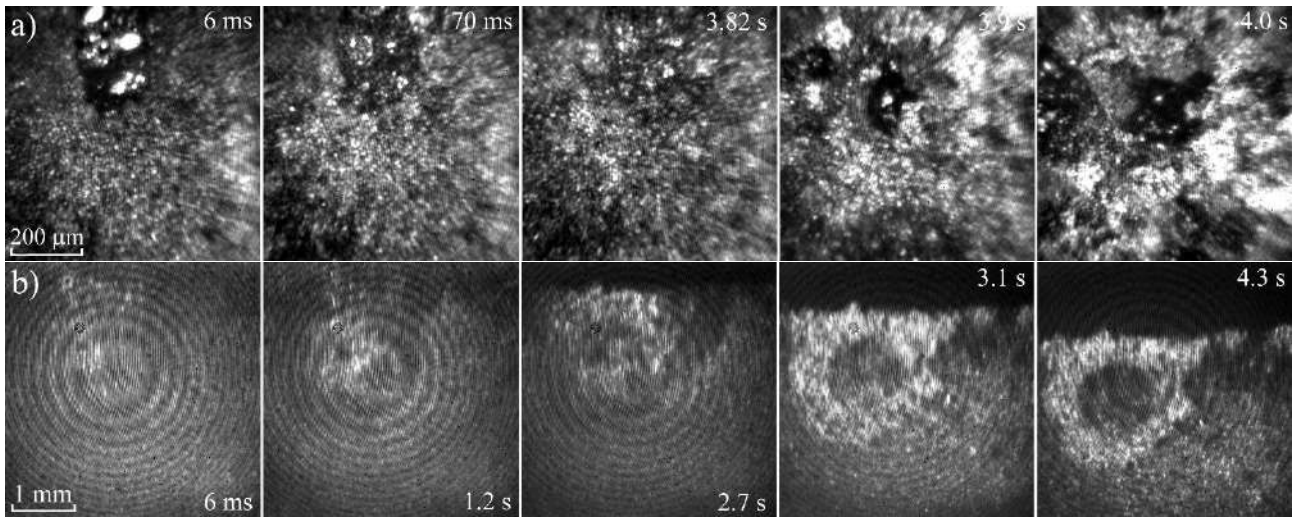


Рис. 3.25. Кадры скоростной съемки горения смеси  $\text{nanoAl}+\text{nanoFe}$ , полученные с помощью лазерного монитора по обычной (а) и зеркальной (б) схемам

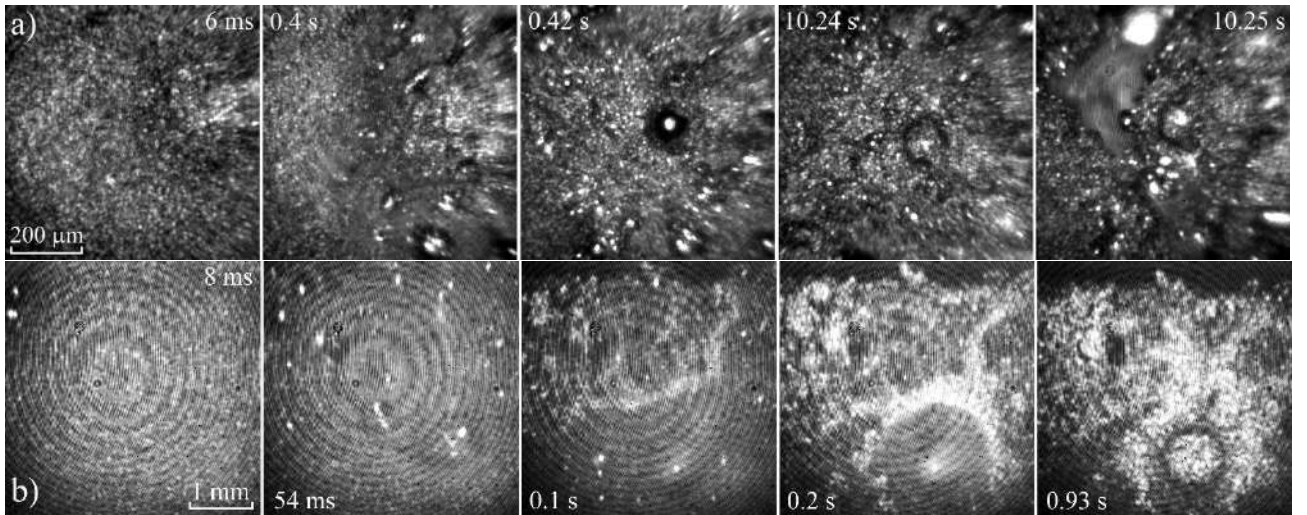


Рис. 3.26. Кадры скоростной съемки горения смеси  $\text{nanoAl}+\text{ACD-6M}+\text{nanoFe}$ , полученные с помощью лазерного монитора по обычной (а) и зеркальной (б) схемам

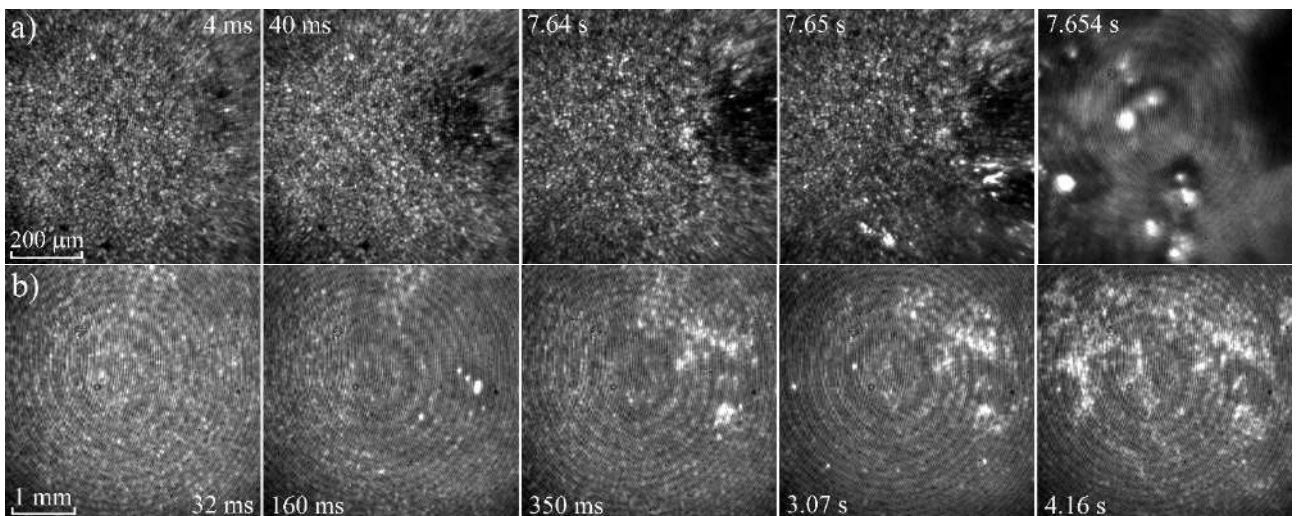


Рис. 3.27. Скоростные кадры формирования изображения горения смеси  $\text{nanoAl}+\text{ACD-6M}+\text{microFe}$ , полученные с помощью лазерного монитора по обычной (а) и зеркальной (б) схемам

Как следует из представленных данных, предложенная нами в [151] зеркальная оптическая схема лазерного монитора может быть успешно использована для наблюдения процессов горения нанопорошков алюминия и их смесей. Отражение от нанопорошка (приблизительно 10 % от падающего излучения) достаточно для получения изображений, пригодных для анализа. Очевидно, что с увеличением зоны наблюдения и расстояния до объекта наблюдения изображения становятся менее детализированными, то есть пространственное разрешение уменьшается. Кроме того, уровень фонового излучения увеличивается. Этот факт логичен, согласно данным, представленным выше, наблюдалось увеличение выходного профиля спонтанного излучения усилителя яркости при удалении зеркала.

Инициирование излучения наблюдается более информативно при большем увеличении (рис. 2.7) в случае, когда это безопасно для оптических элементов. Можно выделить начало первой стадии как потемнение поверхности перед тем, как стать белой (первый кадр на рис. 3.24, *a*, 3.26, *a* и 3.27, *a*), размеры области воспламенения и размеры продуктов сгорания.

Высокоскоростная визуализация с лазерным монитором позволяет измерять скорости сгорания. Точность измерения зависит от увеличения лазерного монитора и частоты кадров и может быть довольно высокой. В частности, при скорости горения 10 мм/с и частоте кадров 1000 кадров/с погрешность измерения скорости горения составляет менее 1 %. В табл. 3.1 приведены значения скоростей горения для четырех смесей при использовании дистанционной схемы лазерного монитора.

В качестве дополнительного варианта скоростной видеозаписи или альтернативы видеозаписи, если требуются только количественные параметры процессов, можно использовать регистрацию средней яркости усиливаемых изображений и средней яркости свечения для экспериментального измерения. На рис. 3.28 показаны кривые средней яркости собственного свечения (1–8), и кривые средней интенсивности излучения усилителя яркости для дистанционной ( $1^{\text{dist}}$ ,  $3^{\text{dist}}$ ,  $5^{\text{dist}}$ ,  $7^{\text{dist}}$ ) и

традиционной ( $2^{\text{ord}}$ ,  $4^{\text{ord}}$ ,  $6^{\text{ord}}$ ,  $8^{\text{ord}}$ ) схем лазерного монитора. Данные на рис. 9 были нормализованы так, чтобы 0,0 и 1,0 на графике соответствовали минимальным и максимальным значениям сигналов, регистрируемых фотодиодами PD1 и PD2 (рис. 2.7, б, 2.9).

Таблица 3.1. Временные параметры процессов горения

Образец	Состав смеси	Скорость первой волны горения, мм/с	Индукционный период, с	Скорость второй волны горения, мм/с
1	наноAl	7,2	0,03	0,5
2	наноAl+наноFe	3,8	3,50	3,3
3	наноAl+АСД-6М+наноFe	14,1	0,14	20,0
4	наноAl+АСД-6М+микроFe	19,5	0,06	10,5

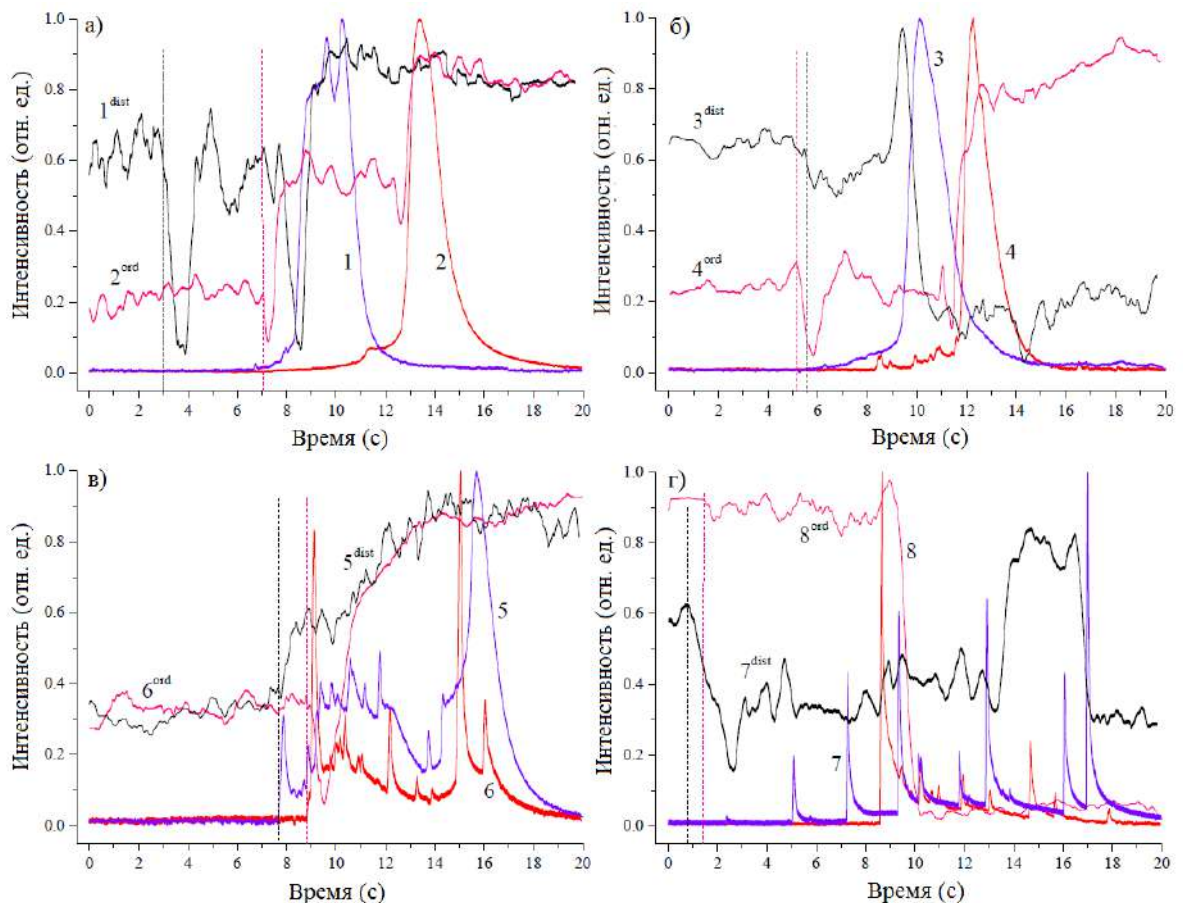


Рис. 3.28. Средняя яркость изображений усилителя яркости и свечения для двух образцов наноAl (а), двух образцов наноAl+наноFe (б), двух образцов наноAl+АСД-6М+наноFe (в) и двух образцов наноAl+АСД-6М+микроFe (г) при сгорании, зарегистрированные фотодиодами PD1 (кривые 1–8) и PD2 в традиционной схеме (кривые  $2^{\text{ord}}$ ,  $4^{\text{ord}}$ ,  $6^{\text{ord}}$ ,  $8^{\text{ord}}$ ) и в дистанционной (кривые  $1^{\text{dist}}$ ,  $3^{\text{dist}}$ ,  $5^{\text{dist}}$ ,  $7^{\text{dist}}$ ) схеме лазерного монитора

Из представленных данных следует, что при удаленном наблюдении с помощью лазерного монитора, а также при обычном наблюдении с помощью лазерного монитора кривые средней интенсивности выходного сигнала усилителя яркости отслеживают интенсивность света, отраженного от поверхности объекта. Таким образом, изменения на выходе усилителя яркости указывают на относительные изменения коэффициента отражения поверхности объекта. Косвенно мы можем определить появление трещин и рассеивание продуктов сгорания.

Сигнал усилителя яркости (PD2) дает информацию о временных параметрах сгорания, таких как продолжительность первой и второй стадий сгорания и время между ними (индукционный период). Сигнал средней яркости свечения (PD1) позволяет судить о скорости сгорания, количестве горячих точек, обжигающем потоке в объеме, наличии вспышек и рассеяния продуктов. Последнее имеет место, когда исходные порошки содержат крупный алюминиевый порошок. Согласно кривым светящейся яркости, первая и вторая стадии сгорания существенно различаются.

Использование обеих схем лазерного монитора позволяет более детально изучить процесс горения, а также выявить особенности изменений морфологии поверхности, которые не видны или плохо видны при использовании первой или второй схемы. Инициирование лучше наблюдается при большем увеличении и позволяет различить потемнение поверхности перед инициированием, размер области инициирования и размеры продуктов сгорания. Распространение горения и макроскопические изменения поверхности, такие как появление трещин или впадин, а также однородность изменений на поверхности предпочтительно наблюдать дистанционно с меньшим увеличением.

Горение распространяется вдоль образца, интерес представляет перемещение области наблюдения за фронтом горения. Ключевым усовершенствованием устройства (рис. 2.10) стало расположение вогнутого зеркала на поворотной платформе. Это устройство также применялось для

наблюдения процесса горения нанопорошка алюминия.

На рис. 2.29 показаны кадры видеозаписи процесса горения нанопорошка алюминия в собственном свете. Одновременно лазерный монитор использовался для записи изображений при повороте платформы. На рис. 3.30 приведены кадры скоростной съемки процесса горения нанопорошка алюминия при вращении платформы с постоянной скоростью  $0,16 \text{ }^\circ/\text{с}$ . Скорость была выбрана экспериментально и приблизительно соответствовала скорости горения нанопорошка. Кадр был горизонтально перевернут для получения правильного изображения.



Рис. 3.29. Горение нанопорошка алюминия в воздухе

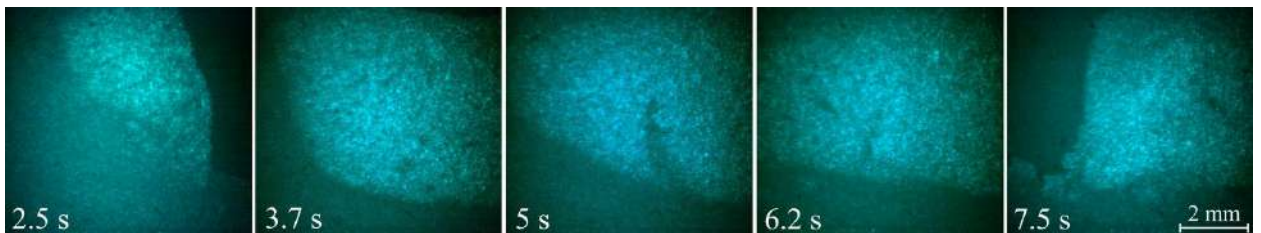


Рис. 3.30. Кадры, отображающие процесс горения нанопорошка алюминия при вращении поворотной платформы

Наблюдая за горением нанопорошка алюминия в воздухе, мы видим, что скорость горения практически постоянна по образцу, в то время как образец горит устойчивым фронтом. Также можно наблюдать растрескивание образца, приводящее к его усадке.

Осуществляя наблюдение в собственном свете, мы наблюдаем панорамное изображение горящих образцов, при этом мы не наблюдаем фронт горения, который является самым ярким. Использование лазерного монитора позволяет решить проблему наблюдения за фронтом горения. В этом случае яркое свечение образца не является препятствием.

#### 3.4.4. Дистанционное наблюдение горения модельного твердого топлива

Примером объекта, горение которого сопровождается факелом и интенсивным разлетом продуктов сгорания, является модельное твердое топливо на основе микронного порошка алюминия АСД-6М [152]. С использованием дистанционного лазерного монитора наблюдался образец, приготовленный в форме цилиндра диаметром 8 мм и высотой 12 мм. Образец размещался горизонтально и закреплялся с помощью сеточного каркаса, в центральной части которого был оставлен зазор для наблюдения (рис. 3.31).



Рис. 3.31. Внешний вид твердого топлива АСД-6М, закрепленного с помощью сеточного каркаса

Горение инициировалось газовой горелкой и сопровождалось интенсивной фоновой засветкой, факелом и разлетом продуктов сгорания, который достигал 20 см. На рис. 3.32, *а* показан процесс горения в собственном свете, на рис. 3.32, *б* показаны кадры скоростной видеозаписи процесса горения с использованием лазерного монитора с дистанционной схемой наблюдения.

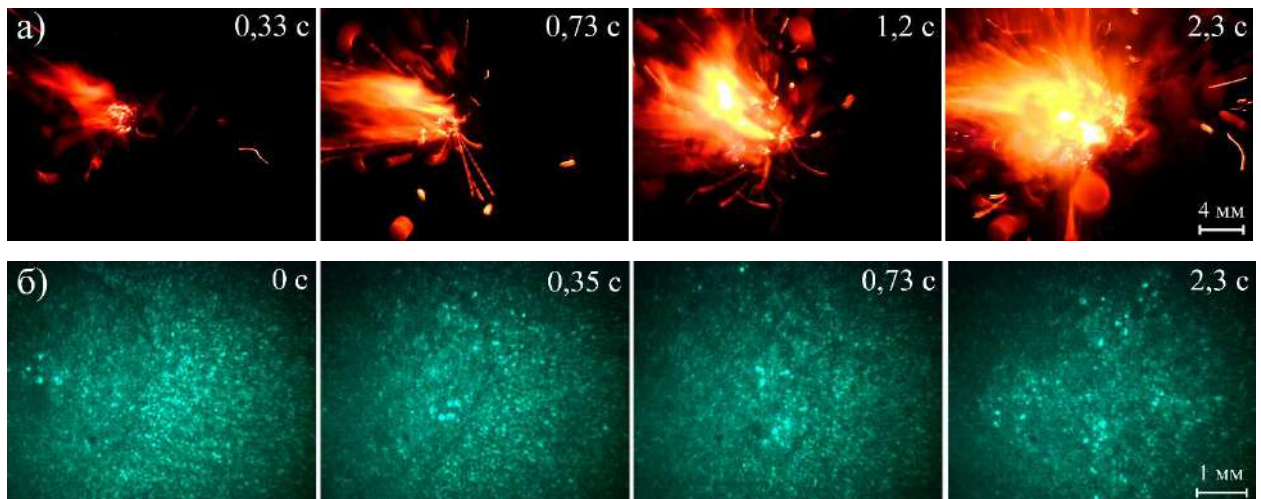


Рис. 3.32. Скоростная визуализация горения твердого топлива на основе микропорошка алюминия АСД-6М в собственном свечении (а) и с использованием лазерного монитора для дистанционного наблюдения (б)

Очевидно, что наблюдать поверхность горения, используя традиционный лазерный монитор с коротким фокусным расстоянием, без риска повреждения объектива невозможно. Применение дистанционного лазерного монитора позволяет оценить скорость и характер процесса горения. В частности, фронт горения для образца АСД-6М движется равномерно со средней скоростью 1,4 мм/с. За фронтом образуется факел. В собственном свете поверхность образца не видна. Посредством лазерного монитора на поверхности видны турбулентность из мерцающих пятен (продуктов сгорания) и граница раздела факела и основной части образца.

### 3.5. Выводы по главе 3

В результате исследования характеристик излучения усилителей яркости на парах бромида меди определен характер влияния параметров работы усилителя яркости на радиальное распределение усиления и оптимальные параметры работы для получения равномерного профиля усиления. Выявлено изменение радиального распределения усиления во время импульса генерации. Показано, что неоднородность усиления в центре пучка, характерная для лазеров на парах металлов, может выравниваться в первые 7–10 нс (18 нс для ГРТ большого активного объема) путем



оптимизации концентрации паров рабочего вещества и введения активной добавки НВг. При этом не обеспечивается равномерный профиль на протяжении всего импульса генерации, который не влияет на качество изображения объекта, расположенного на расстоянии до 1 м от активного элемента. На основе этих выводов были оптимизированы условия работы лазерного монитора.

Реализовано наблюдение процессов горения нанопорошков металлов в воздухе с использованием лазерного монитора с традиционной, дистанционной и следящей схемами. Дистанционная схема с расстоянием до объекта наблюдения 50 см впервые применена, чтобы расширить область применения лазерных мониторов и защитить аппаратуру от опасных разлетающихся продуктов. Схема протестирована не только на относительно спокойно горящих смесях, но и образцах модельного твердого топлива. Показана возможность изучения морфологии поверхности горящих образцов в режиме реального времени, в том числе материалов, горение которых сопровождается разлетом продуктов сгорания. Фронт и области горения были хорошо видны по зарегистрированным изображениям.

Использование следящей схемы с поворотной платформой позволяет исследовать фронт горения на всей протяженности образца.

Анализ изображений лазерного монитора показал, что изменение яркости изображений, формируемых лазерным монитором, позволяет оценивать коэффициент отражения поверхности. На основании этого был предложен метод количественной оценки параметров горения, таких как количество и продолжительность стадий, скорость движения фронта горения, наличие неоднородностей горения, по изменению коэффициента отражения поверхности и устройство, реализующее этот метод.

Реализован метод лазерной подсветки с использованием недорогого коммерчески доступного твердотельного лазера с длиной волны 532 нм. Показано, что для получения качественного изображения при использовании лазерной подсветки, предпочтительно использовать для освещения широкий

пучок. В это случае явление лазерных спеклов дает минимальные шумы.

Лазерная подсветка является удобным инструментом для исследования процессов горения, однако не позволяет полностью подавить собственное излучение образца. Яркость свечения на длине волны 532 нм во время высокотемпературной стадии горения сравнима с яркостью отраженного лазерного излучения подсветки. Увеличение мощности подсветки дает возможность в большей степени подавить засветку, однако увеличение мощности подсветки до значений выше 20 мВт связано с риском неконтролируемого инициирования порошка.

В отличие от лазерной подсветки, лазерный монитор позволяет полностью отстроиться от нежелательной фоновой засветки при наблюдении поверхности горящих образцов. При этом мощности сверхизлучения 14 мВт, измеренной на месте объекта, вполне достаточно для получения контрастного изображения.

## **ГЛАВА 4. Исследования динамики процессов с применением метода корреляции цифровых спекл-изображений**

### **4.1. Влияние параметров источника излучения и параметров расчета на погрешность определения коэффициента корреляции**

Качество лазерного спекл-изображения существенно зависит от характеристик источника излучения. Некачественные спекл-изображения будут вносить трудности и неопределенности для дальнейшего анализа и обработки. Кроме этого, параметры обработки и параметры расчета коэффициента корреляции влияют не только на скорость обработки, но и на погрешность измерений.

На рис. 4.1 представлены схемы для получения спекл-изображений при разных условиях освещения лазерным излучением. В качестве объекта исследования использовался диффузор громкоговорителя бюджетных активных компьютерных колонок, на которые подавался гармонический сигнал от цифрового генератора SFG-72120 (GW Instek). Диаметр диффузора громкоговорителя составлял 7 см. Амплитуда напряжения на диффузоре громкоговорителя измерялась с помощью осциллографа Rigol DS1052E. К сожалению, мы не знаем характеристики динамиков (АЧХ, ФЧХ) компьютерных колонок и насколько хорошо динамик преобразует электрические колебания в механические. Но так как на динамик подается синусоидальное напряжение, можно полагать, что вибрация диффузора динамика является также близкой к синусоидальной.

Формирование спекл-изображений осуществлялось с помощью 5-мВт непрерывного одномодового He-Ne-лазера как источника когерентного излучения. Лазерный луч диаметром 0,9 мм был направлен на диффузор динамика. Спекл-изображения записывались с помощью скоростной цифровой камеры Fastec HiSpec 1 с объективом F0.95 Navitar, установленной на расстоянии 50 мм от динамика. Записанные изображения передавались на компьютер для дальнейшей обработки.

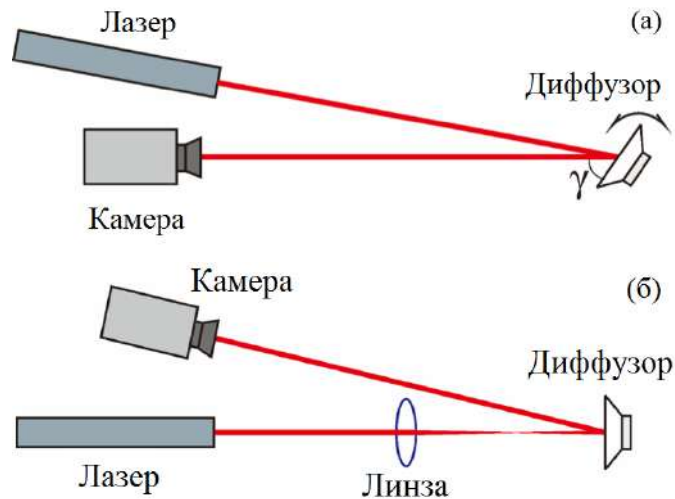


Рис. 4.1. Схемы для получения разных спекл-изображений при разных условиях освещения лазерным излучением

В работе исследовались зависимость качества считывания информации с колеблющегося диффузора громкоговорителя от угла наблюдения (рис. 4.1, а). С целью изучения возможности применения сильно расходящегося лазерного излучения для считывания информации с вибрирующей поверхности была собрана экспериментальная установка, схема которой приведена на рис. 4.1, б.

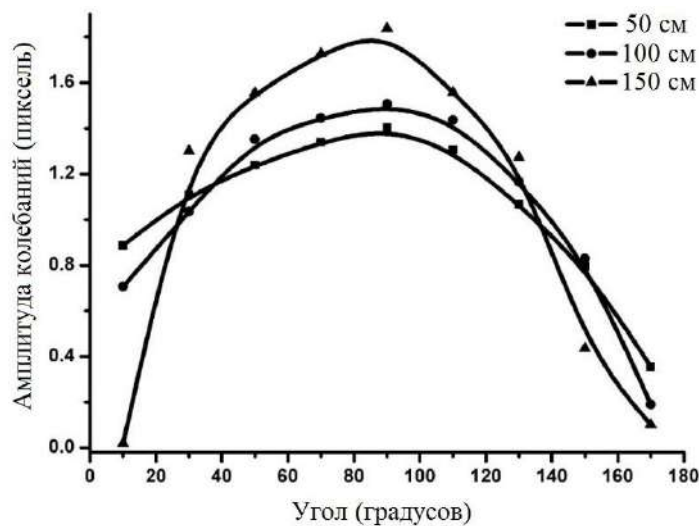


Рис. 4.2. Зависимость амплитуды декодированного сигнала от угла наблюдения на разных расстояниях от динамика до камеры. Амплитуда синусоидального напряжения на громкоговорителе составляет 3 В, частота напряжения – 50 Гц, скорость съемки – 500 кадров/с, время экспозиции – 1995 мкс, размер спекл-изображения – 40 × 40 пикселей

Чтобы понять влияние угла наблюдения на измеренные результаты, производилось сравнение характеристик, измеренных при разных условиях. На рис. 4.2 представлена зависимость измеренной амплитуды колебаний от

угла наблюдения при разных расстояниях. Видно, что чем ближе угол к 90 градусам, тем больше значение амплитуды колебаний. При разном расстоянии амплитуда также отличается. Чем больше угол от нормального положения, тем быстрее падает значение амплитуды.

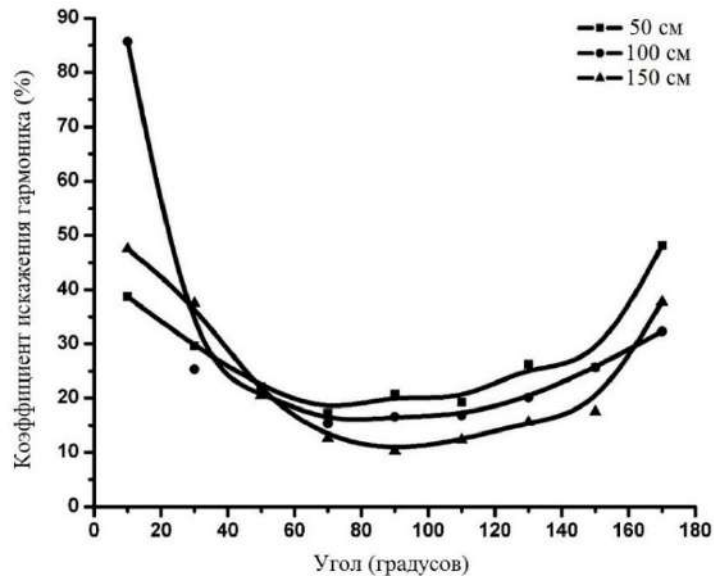


Рис. 4.3. Зависимость коэффициента искажения декодированного гармонического сигнала от угла наблюдения на разных расстояниях от динамика до камеры. Амплитуда синусоидального напряжения на громкоговорителе составляет 3 В, частота напряжения – 50 Гц, скорость съемки – 500 кадров/с, время экспозиции – 1995 мкс, размер спекл-изображения – 40 × 40 пикселей

Зависимость коэффициента искажения гармонического сигнала (THD) от угла наблюдения приведена на рис. 4.3. Видно, что чем ближе угол падения лазерного луча к 90°, тем меньше искажение. Тем не менее, искажения незначительно (5%) возрастают при отклонении от нормали ±20°.

Известно, что размер спекла определяется следующим выражением:

$$\sigma = 1.2(\lambda L / D), \quad (6)$$

где  $\sigma$  – средний размер спекла,  $\lambda$  – длина волны,  $L$  – расстояние между отражающей поверхностью и плоскостью регистрации,  $D$  – диаметр пучка на поверхности отражения. Из формулы следует, что при постоянной длине волны и постоянном расстоянии между камерой и колеблющейся поверхностью средний размер спекла увеличивается с уменьшением диаметра пучка.

В схеме на рис 4.1, б диаметр пучка изменялся путем передвижения линзы к лазеру. Фокусное расстояние линзы составляло 11 см, т. е. пучок проходил через линзу, фокусировался на расстоянии 11 см и затем расширялся на дальнем расстоянии. С увеличением расстояния между динамиком и линзой от 11 до 47 см диаметр пучка увеличивался и размер спекла уменьшался. На рис. 4.4 представлены спекл-изображения при расстоянии между динамиком и линзой 11, 17 и 47 см.

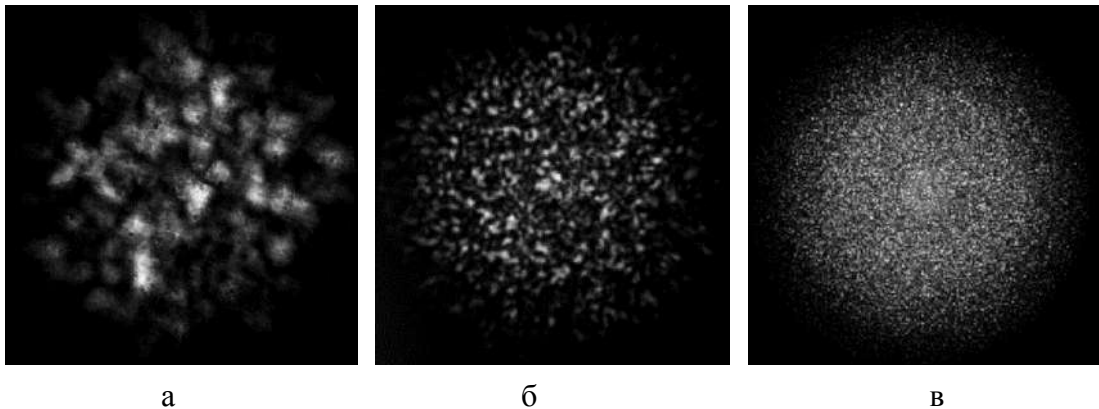


Рис. 4.4. Спекл-изображения на разных расстояниях от диффузора громкоговорителя до фокусирующей линзы: а – 11 см, б – 17 см, в – 47 см. Расстояние между лазером и громкоговорителем – 50 см, время экспозиции – 1995 мкс

Влияние расстояния между фокусирующей линзой и громкоговорителем на чувствительность измерительной системы продемонстрировано на рис. 4.5. Диаграмма показывает, что перемещение фокусирующей линзы от лазера к громкоговорителю сначала приводит к снижению чувствительности, а затем к её росту. Зависимость чувствительности характеризуется минимумом в диапазоне расстояний от 20 до 30 см (рис. 4.5). Значение чувствительности измерительной системы при минимуме составляет около 1 пикселя/В.

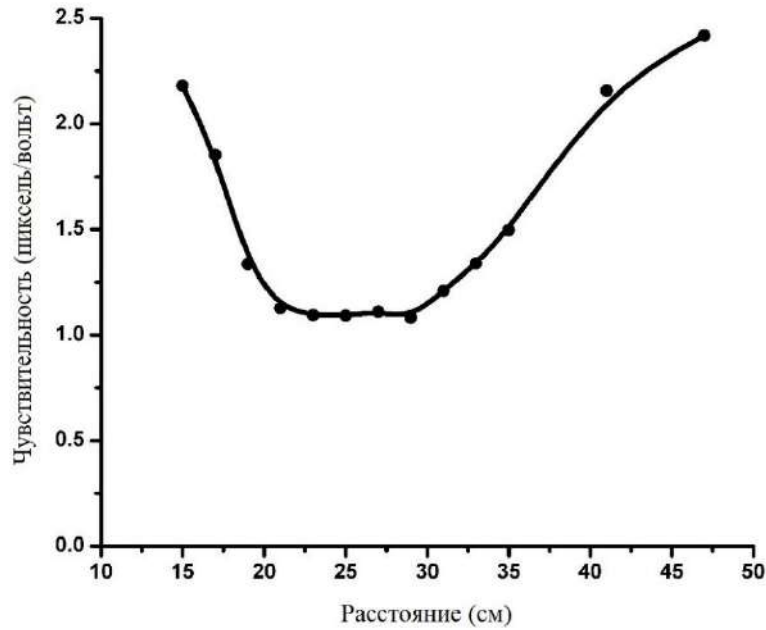


Рис. 4.5. Влияние расстояния от фокусирующего объектива до динамика на чувствительность измерительной системы. Частота напряжения – 50 Гц, скорость съемки – 500 Гц, время экспозиции – 1995 мкс

Следует отметить, что размер спекла влияет на оптимальный размер спекл-шаблона, используемого для отслеживания смещения спекл-изображений. Поскольку смещение линзы меняет размер спекла, каждый раз при перемещении линзы необходимо выбирать оптимальный размер спекл-шаблона. Такая оптимизация проводилась при получении зависимостей, представленных на рис. 4.6. Поиск оптимального размера спекл-шаблона осуществлялся на основе минимизации значения коэффициента искажений декодированных гармонических сигналов.

Для корректности представления экспериментальные данные усреднялись по нескольким измерениям. Зависимость усредненного коэффициента искажения декодированного гармонического сигнала от расстояния между фокусирующим объективом и громкоговорителем показана на рис. 4.6. Несмотря на то, что уменьшение расстояния до значений, близких к фокусному расстоянию объектива, приводило к росту чувствительности (рис. 4.5), оно также приводило к значительному увеличению значения коэффициента искажения гармонического сигнала (рис. 4.6). При изменении расстояния в диапазоне 15–47 см значение THD варьировалось в диапазоне от 5 до 15 %.

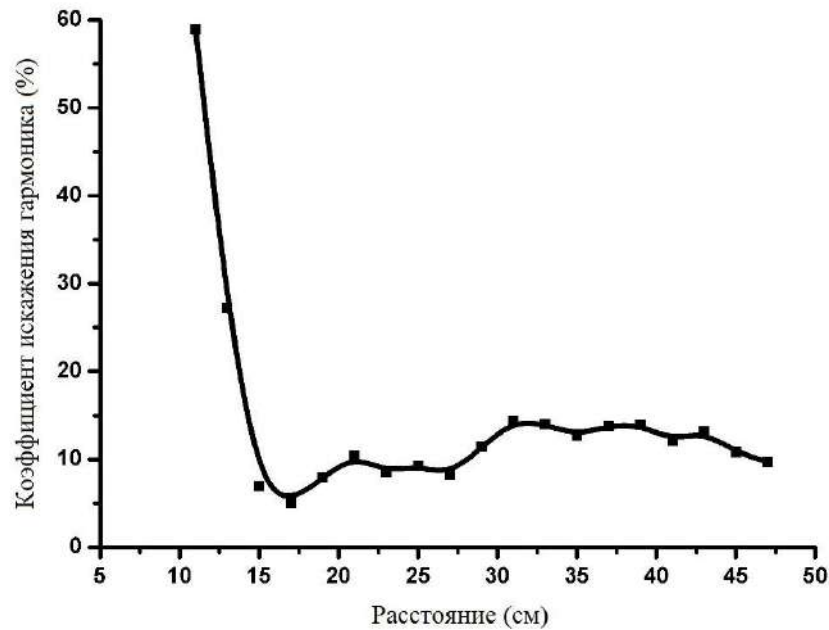


Рис. 4.6. Зависимость усредненного искажения декодированного гармонического сигнала (THD) от расстояния от фокусирующей линзы до громкоговорителя. Частота напряжения – 50 Гц, скорость съемки – 500 кадров/с, время экспозиции – 1995 мкс

Оптимизация параметров расчета при обработке цифровых спекл-изображений позволяет снизить затраты времени и увеличить точность измерений. Чтобы понять влияние этих параметров на качество обработки, были рассмотрены тестовое спекл-изображение и тестируемый алгоритм.

Рассмотрим синтезированные спекл-изображения, которые меняются с шагом 0,1 пикселя. Имеется два набора спекл-изображений с высокой и низкой контрастностью, которые используются в текущей работе для определения точности обработки с использованием рассматриваемого алгоритма. На рис. 4.7, *а* представлено тестовое спекл-изображение, которое движется с определенным шагом горизонтально, затем последовательно двигается вертикально. На рис. 4.7, *б* показана траектория движения, полученная с помощью тестируемого алгоритма.



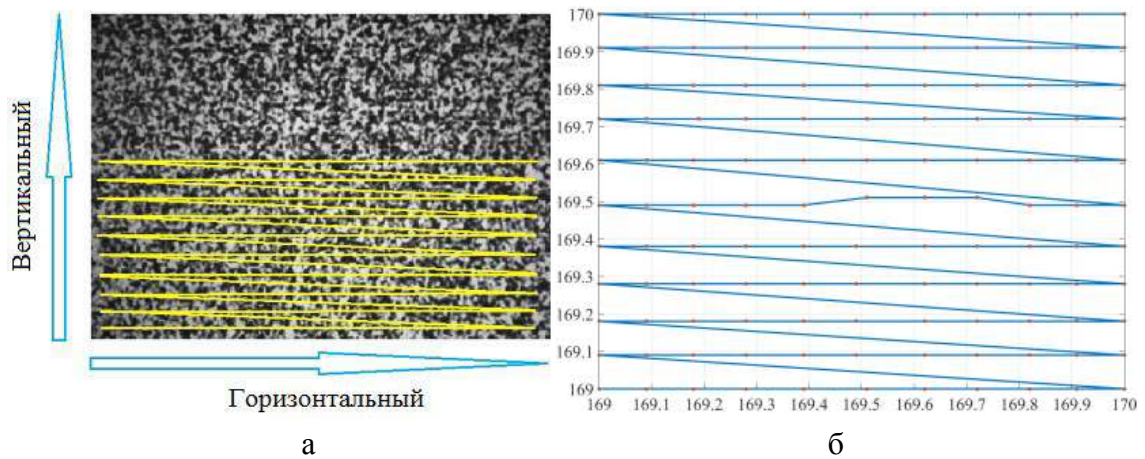


Рис. 4.7. Спекл-изображение и реальная траектория его смещения (желтая кривая) (а) и траектория смещение рисунка, определенная с использованием тестируемого алгоритма (б)

На рис. 4.8 отражено распределение коэффициента корреляции, рассчитанного по формулам (3)–(5) (глава 2) для высококонтрастного спекл-изображения. Можно заметить, что распределение коэффициента корреляции, рассчитанного по формуле (3), не характеризуется унимодальностью и выраженностью максимального значения. Таким образом, формула (3) не обеспечивает надежную локализацию максимума коэффициента корреляции. Расчет, выполненный по формуле (4), дает много локальных максимумов (пиков на графике), но основной пик отчетливо выделялся на фоне других. Расчет, выполненный по формуле (5), приводит к лучшей унимодальности, разница между наибольшим пиком и остальными заметно больше. Тем не менее выбор формулы, обеспечивающей наилучший результат расчета, не очевиден. Чтобы прояснить вопрос выбора формулы были проведены следующие тестовые расчеты.

На рис. 4.9 показаны зависимости средней абсолютной погрешности смещения от размера спекл-изображения при использовании различных формул для расчета коэффициента корреляции. Расчет по формулам (3) и (4) дает практически одинаковые результаты (рис. 4.9). Средняя абсолютная погрешность смещения, определенная по формулам (3) и (4), составила 0,022 пикселя для высококонтрастного спекл-изображения и 0,044 пикселя для низкоконтрастного спекл-изображения. Как можно увидеть, расчет по формуле (5) дает почти двукратное увеличение погрешности определения смещения

независимо от наличия четкого основного пика на распределении коэффициента корреляции (рис. 4.8, в). Можно предположить, что это связано с увеличением разницы в коэффициентах корреляции вокруг основного пика, что приводит к ухудшению качества интерполяции и, как следствие, снижению точности корреляции в области максимальной локализации.

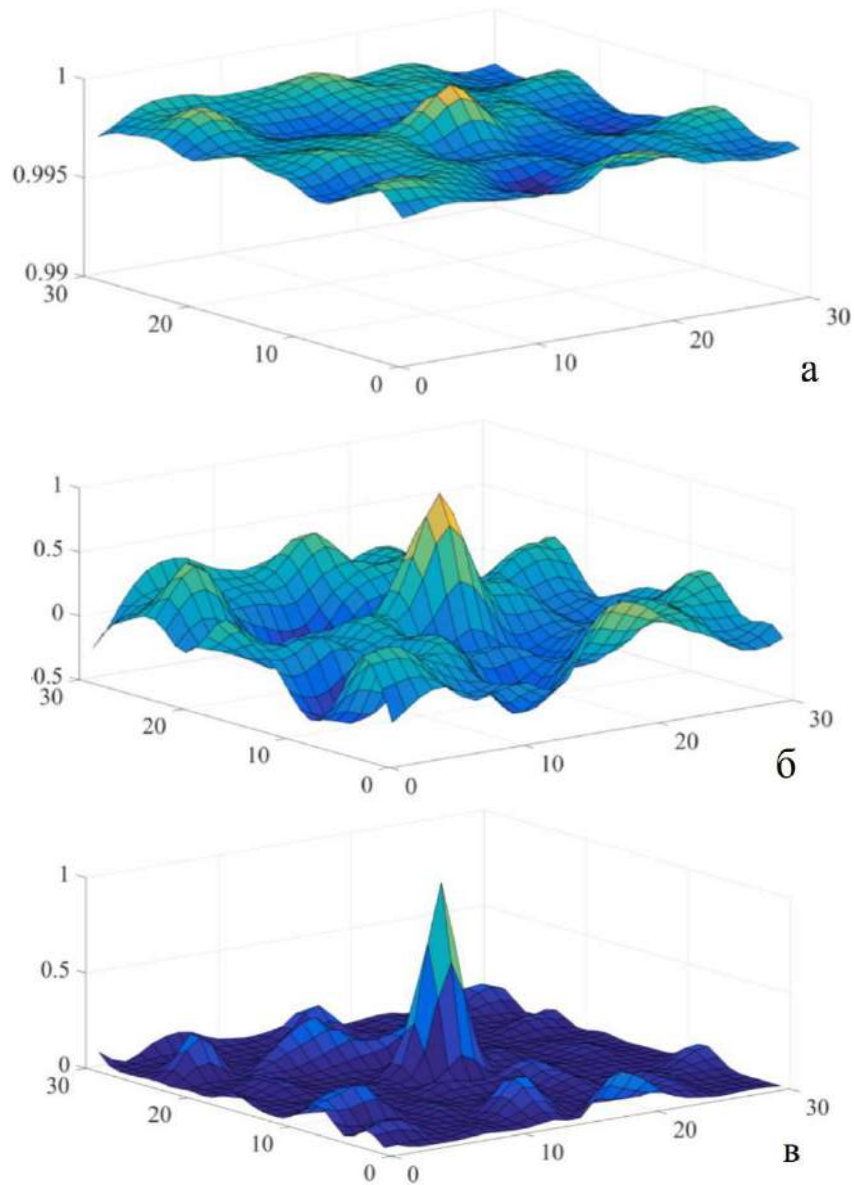
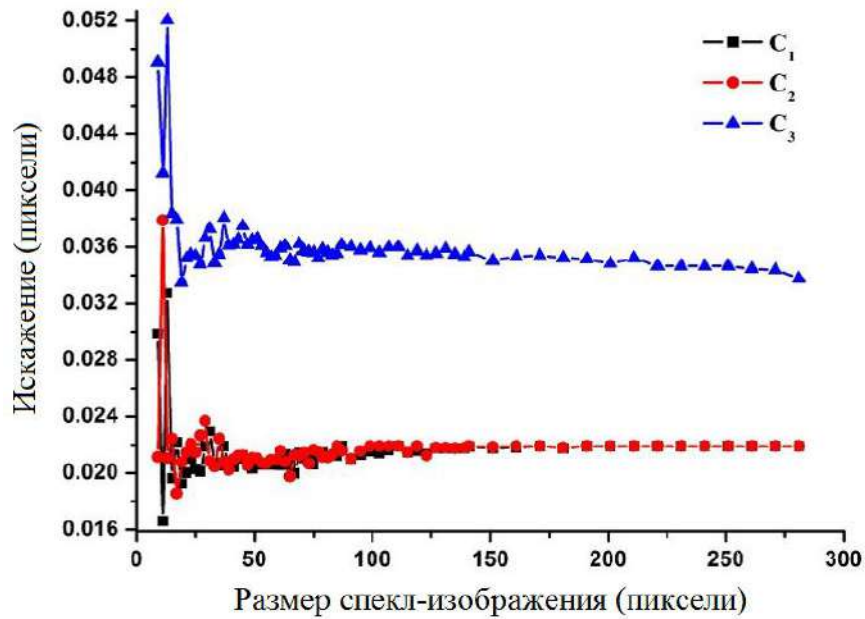
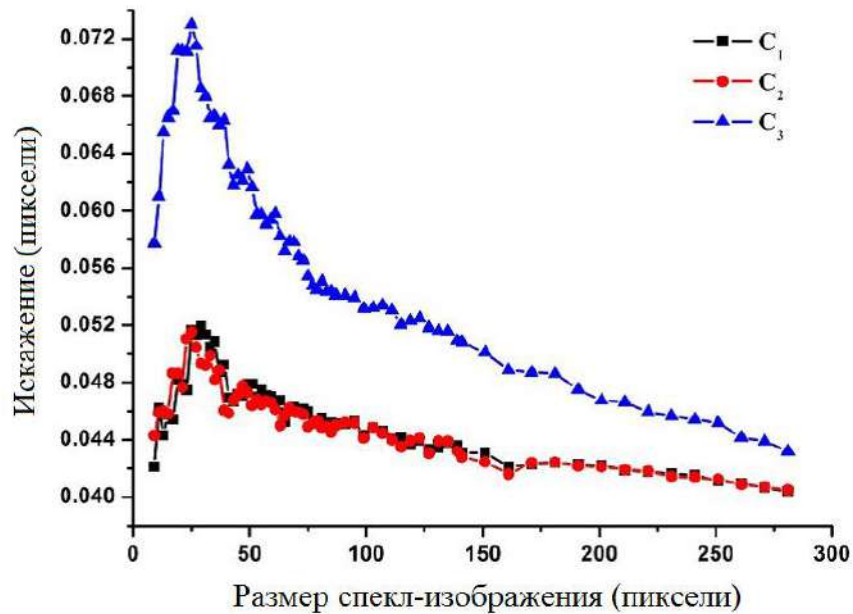


Рис. 4.8. Распределение коэффициента корреляции, рассчитанное по формулам:  
а – (3); б – (4); в – (5)

Следует отметить, что при размере спекл-изображения менее  $30 \times 30$  пикселей точность определения смещения не является постоянной. Чтобы получить достоверные результаты, размер спекл-изображение должен быть больше, чем  $30 \times 30$  пикселей. В случае низкоконтрастных спекл-изображений больший размер области дает более высокую точность (рис. 4.9, б).



а



б

Рис. 4.9. Зависимость средней абсолютной погрешности смещения от размера спекл-изображения с высокой (а) и низкой (б) контрастностью для различных формул коэффициента корреляции

Результаты исследования метода корреляции цифровых спекл-изображений, составившие основу для дальнейшего применения этого метода для контроля параметров горения нанопорошков, представлены в работах [153–161].

## 4.2. Динамика лазерных спеклов при горении нанопорошков металлов в воздухе

В связи с тем, что изменение лазерного спекла происходит вследствие изменения отражения поверхности образца нанопорошка металла, анализ лазерных спекл-изображений, отраженных от поверхности объекта позволяет изучать процессы горения и характеризовать временные параметры распространения фронта горения.

Изображения реальной сцены процесса горения  $\text{nanoAl}$ , записанные USB-камерой (рис. 2.16), представлены на рис. 4.10. Эти изображения позволяют нам оценить направление распространения фронта горения. После воспламенения на краю образца первая волна тепла с низкой температурой, равной приблизительно  $600\text{--}800\text{ }^\circ\text{C}$ , распространяется по образцу (рис. 4.10, *а*), а затем в области лазерной подсветки (рис. 4.10, *б*). Распространение первой волны изменяет поверхность образца нанопорошка, что приводит к изменению структуры лазерного спекла. Впоследствии процесс сгорания ускоряется; вторая волна горения появляется в стороне от поля наблюдения (рис. 4.10, *в*). Состояние горения превращается в тепловой взрыв с ярким свечением, температура повышается до  $2000\text{--}2400\text{ }^\circ\text{C}$ . Фронт горения достигает поля наблюдения (рис. 4.10, *г*). На рис. 4.10, *д* представлено изображение, на котором распространяется вторая волна горения в образце. Температура снижается до полного выгорания. Мы наблюдаем видимую усадку образца после того, как вторая волна тепла распространяется примерно на половину образца.

Процесс горения нанопорошка алюминия носит флуктуационный характер. Направление, скорость распространения волн и превращение наночастиц в микронные продукты сгорания зависят от однородности образца, размера агломерата, каналов теплопроводности в порошковой смеси и других факторов. Поэтому при сгорании образцов нанопорошков, близких по массе, наблюдается изменение параметров потока и временных характеристик стадий сгорания. В частности, в работе [140] отмечается изменение скорости горения

в целом и разницы в скорости распространения в вертикальном и горизонтальном направлениях.

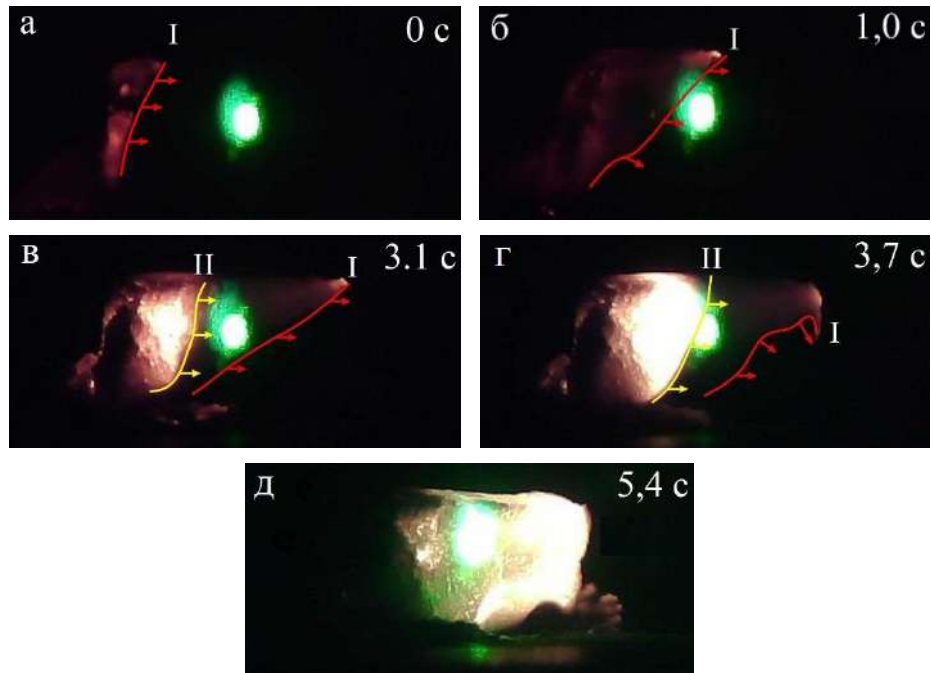


Рис. 4.10. Горение нанопорошка алюминия на воздухе. Красные линии – распространение первого фронта низкотемпературной волны, желтые линии – распространение второго фронта высокотемпературной волны

На рис. 4.11 показаны спекл-изображения, соответствующие разным моментам горения образца нанопорошка алюминия. Можем видеть как изменение самих спекл-изображений, так и изменение яркости изображений, связанное с изменением коэффициента отражения поверхности. Изменение коэффициента корреляции по времени при горении для этого образца показано на рис. 4.12. Результаты представлены в работе [162].

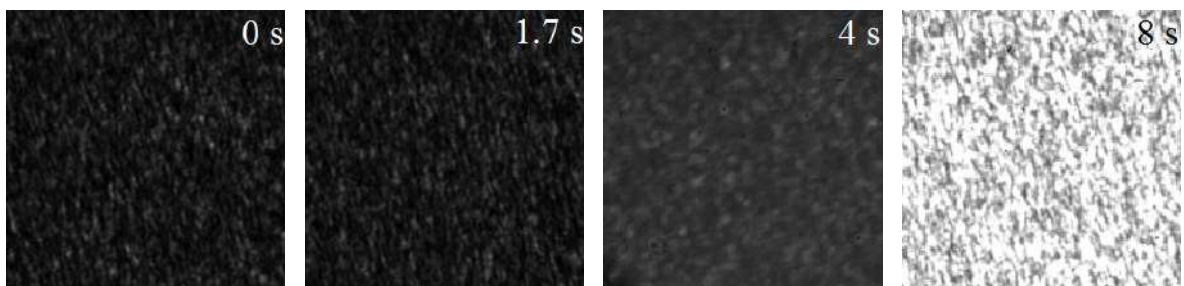


Рис. 4.11. Измененные спекл-изображения в ходе горения нанопорошка алюминия в воздухе

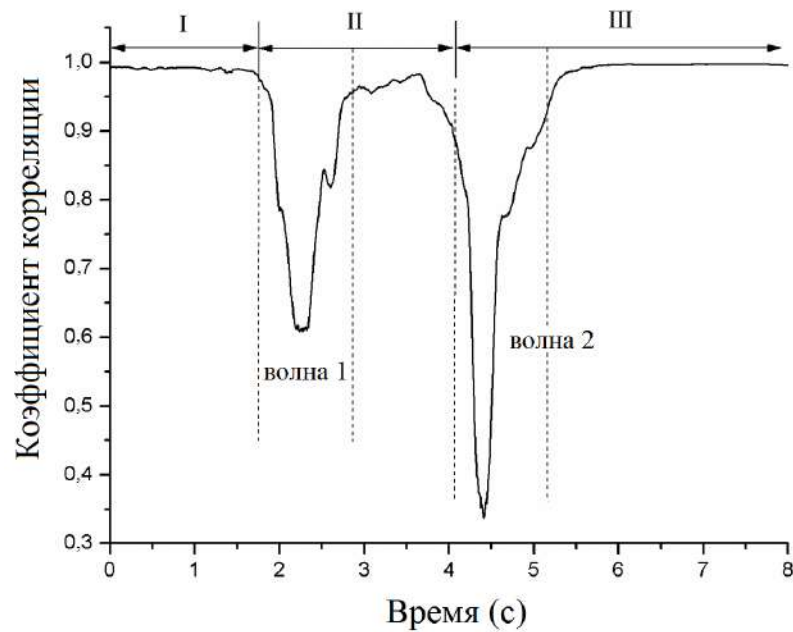


Рис. 4.12. Зависимость коэффициента корреляции от времени в процессе горения нанопорошка алюминия в воздухе

Кривая на рис. 4.12 может быть разделена на 3 части. Отсутствие изменения коэффициента корреляции во время первой части указывает на распространение волны горения за пределами места лазерного освещения (за пределами места наблюдения). Продолжительность первой части составляет от 0 до 1,7 секунды (рис. 4.10, *а-б*); второй части корреляционной кривой – от 1,7 до 4 секунд (рис. 4.10, *б-в*), что соответствует паузе между первой и второй волнами горения. Время от 4 до 8 секунд – это вторая волна, распространяющаяся вдоль остальной части образца (рис. 4.10, *г*). Длительность отрицательных пиков на корреляционной кривой указывает на время распространения волны в зоне наблюдения.

Процесс горения нанопорошка алюминия характеризуется коэффициентом корреляции, полученные результаты показаны на рис. 4.13. На этом рисунке четко представлены четыре зависимости коэффициента корреляции от времени. Все эти кривые демонстрируют две характерные части, соответствующие двум тепловым волнам. Время распространения обеих тепловых волн в месте наблюдения может измеряться с использованием этих кривых. Временные параметры горения, определенные на основе данных, представленных на рис. 4.13 приведены в табл. 4.1.

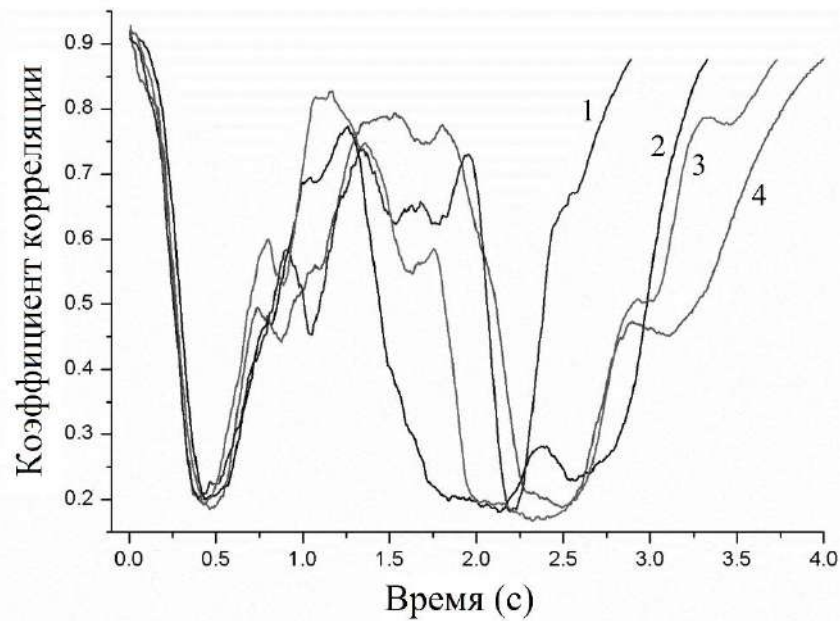


Рис. 4.13. Временные зависимости коэффициента корреляции во время горения четырех образцов нанопорошка алюминия

Процесс горения смеси нанопорошков алюминия и железа характеризуется коэффициентом корреляции, показанным на рис. 4.14. Эти четыре кривые демонстрируют три части горения, которые соответствуют двум тепловым волнам. По сравнению с процессом горения нанопорошка алюминия на рис. 4.13, вторая волна горения на рис. 4.14 начинается раньше, что означает, что разница во времени меньше. Кроме того, продолжительность обеих тепловых волн на рис. 4.14 меньше, чем на кривых на рис. 4.13. Эти временные параметры также приведены в табл. 4.10.

Параметры горения двух типов нанопорошков, приведенные в таблице 4.1, демонстрируют перспективы использования метода корреляции лазерных спекл-изображений для определения свойств различных видов нанопорошков. Различное время сгорания этих двух типов нанопорошков указывает на то, что смесь алюминия с железом горит быстрее, чем чистый алюминий. На основании этих различий и сходства временного параметра возможно определение каждого типа порошка.

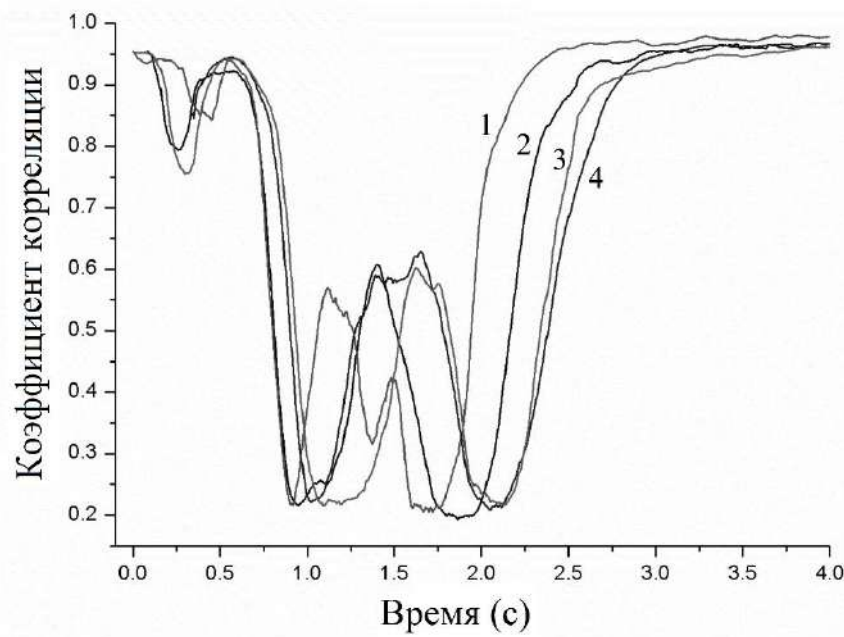


Рис. 4.14. Временная зависимость коэффициента корреляции при горении смеси нанопорошка алюминия и железа

Таблица 4.1. Временные параметры горения нанопорошков

№	Продолжительность первой волны	Продолжительность второй волны	Интервал между первой и второй волнами
Нанопорошок алюминия			
1	1,19 с	1,92 с	0,33 с
2	1,31 с	1,95 с	0,68 с
3	1,32 с	0,86 с	0,65 с
4	1,05 с	1,72 с	0,78 с
Смесь нанопорошка алюминия и железа			
1	0,89 с	1,17 с	0,15 с
2	0,62 с	0,90 с	0,43 с
3	0,88 с	1,19 с	0,38 с
4	1,08 с	0,88 с	0,18 с

На рис. 4.15 в одном временном масштабе показаны коэффициент корреляции и средняя яркость спекл-изображений. На кривых отмечено несколько характерных моментов, характеризующих временные параметры распространяющегося фронта и тепловых волн горения для обеих кривых.



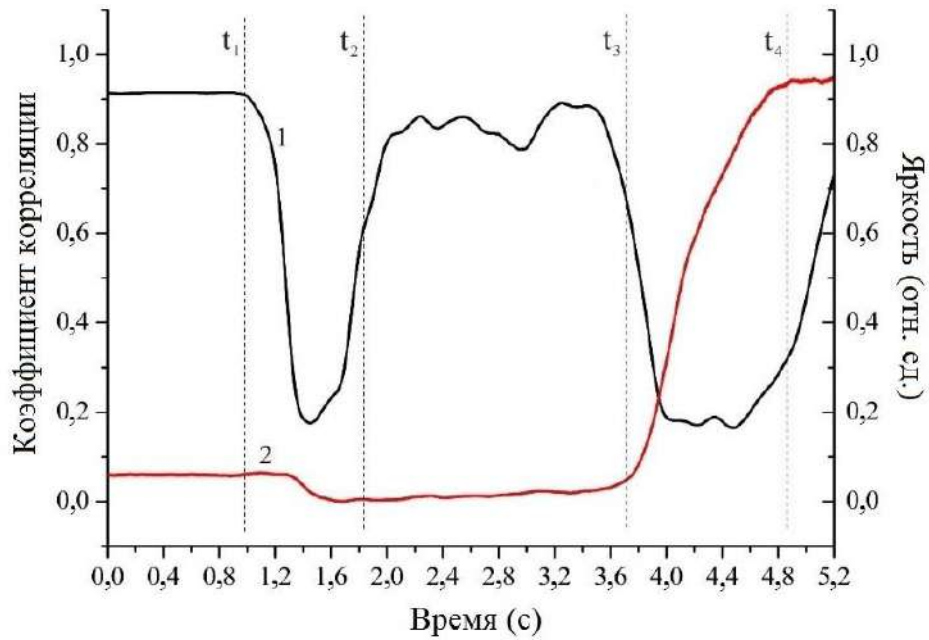


Рис. 4.15. Временные зависимости коэффициента корреляции (1) и средней яркости спекл-изображений (2) при горении

Время  $t_1$  в начале уменьшения коэффициента корреляции соответствует моменту, когда первая низкотемпературная волна горения появляется в месте наблюдения. В течение промежутка времени между  $t_1$  и  $t_2$  первая волна горения пересекает место наблюдения, слегка изменяя коэффициент отражения поверхности нанопорошка. После времени  $t_2$  коэффициент корреляции и яркость становятся почти постоянными. Это индукционное время между первой низкотемпературной и второй высокотемпературной стадиями горения. Вторая тепловая волна, начавшаяся в левой части образца, распространяется до области наблюдения до момента времени  $t_3$ . Время  $t_4$  соответствует моменту, когда вторая волна горения прошла место наблюдения. Из-за усадки образца во время второй стадии горения изменение структуры поверхности в области наблюдения продолжается с момента прихода второй волны до затухания горения и остывания.

Кроме представленных результатов исследования процесса горения с использованием метода корреляции цифровых спекл-изображений мы провели сравнение этого метода с апробированным ранее методом анализа средней яркости изображений лазерного монитора. Используя экспериментальную схему на рис. 2.21, мы оценили четыре параметра, характеризующих процесс

горения: коэффициент корреляции спекл-изображений, среднюю яркость спекл-изображений, среднюю яркость выходного сигнала лазерного монитора и общую яркость пламени во время сгорания. Эти характеристики частично перекрывают друг друга, что позволяет сравнивать результаты измерений различными методами. На рис. 4.16 показаны результаты измерений для четырех образцов нанопорошка алюминия.

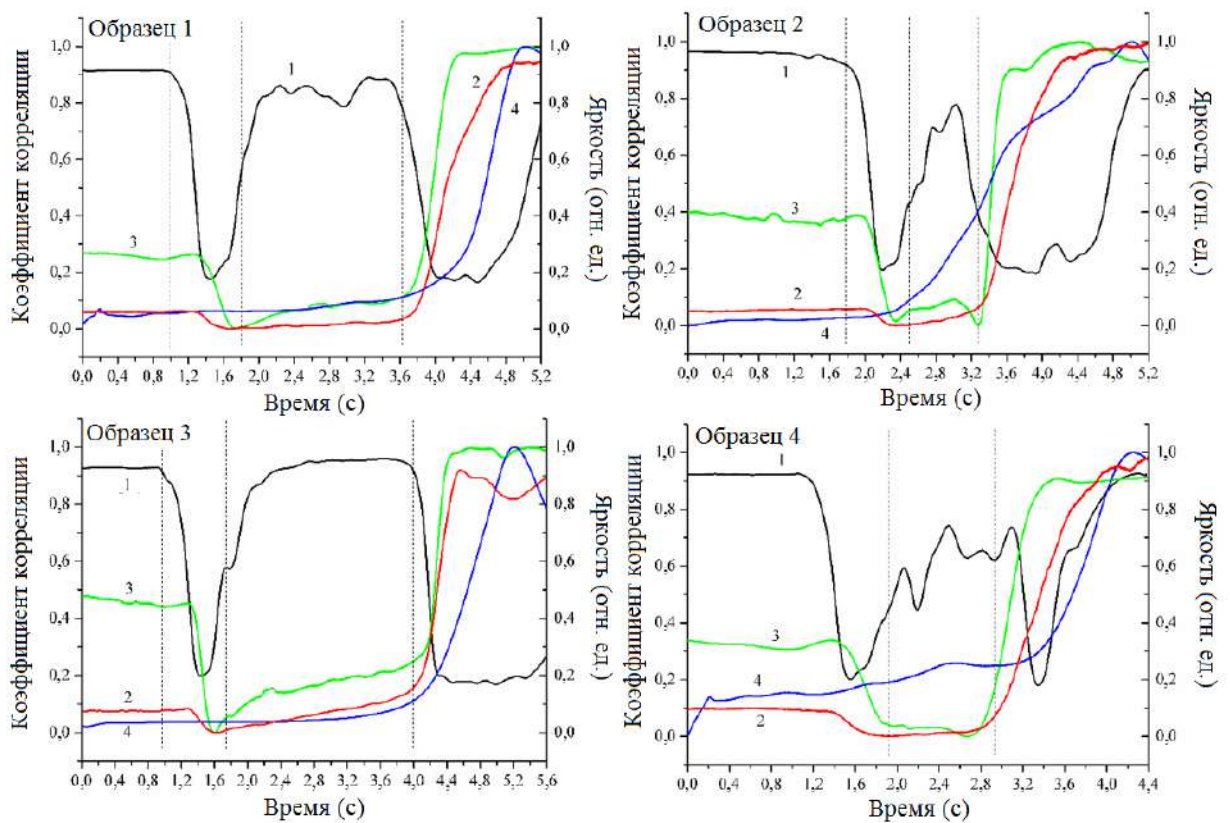


Рис. 4.16. Временные зависимости коэффициента корреляции спекл-изображений (1), средней яркости спекл-изображений (2), средней яркости изображений лазерного монитора (3), общей яркости пламени при сгорании (4) для четырех образцов нанопорошка алюминия

Резкое увеличение яркости сгорания наблюдается примерно одновременно со второй волной горения. Аналогичный характер горения наблюдается также для образцов 3 и 4. Для образца 2 общая кривая яркости начинает расти сразу после первой волны горения в поле наблюдения. Скорее всего, вторая волна горения уже началась на левой стороне образца до того, как первая волна достигла поля наблюдения. Мы отмечали возможность горения с

несколькими локализациями ранее, в [143]. Кривые средней яркости спекл-изображений и средней яркости лазерного монитора дают нам одинаковую информацию о временном изменении поверхности, поскольку оба они связаны с изменениями отражательной способности поверхности образца. При этом средняя яркость изображений лазерного монитора значительно изменяется по сравнению со средней яркостью спекл-изображений. Метод лазерного мониторинга обладает более высокой чувствительностью благодаря усилению яркости. Перед быстрым падением яркости изображения мы можем наблюдать небольшое увеличение, которое совпадает с быстрым падением коэффициента корреляции. Физически это означает, что структура поверхности изменяется в течение этого времени без заметных изменений отражательной способности.

В течение времени индукции между первой и второй волнами горения отражательная способность поверхности практически постоянна как по средней яркости спекл-изображений, так и по средней яркости лазерного монитора. При этом поверхность может быть неизменной (образец 3) или подвергаться механическим изменениям (образцы 1, 2 и 4). Как следует из кривой коэффициента корреляции спекл-изображений, изменения носят осциллирующий характер.

Когда вторая волна горения достигает места наблюдения, средняя яркость спекл-изображений и средняя яркость изображений лазерного монитора быстро увеличиваются, что указывает на изменение отражательной способности поверхности образца. Приблизительно одновременно наблюдается быстрое падение кривой корреляции спекл-изображений. В большинстве случаев после второй волны горения образец остывает, что сопровождается усадкой. В это время поверхность образца изменяется, что приводит к изменению спекл-изображений. Используя кривые средней яркости спекл-изображений и средней яркости изображений лазерного монитора, можно определить время прохождения второй волны горения через место наблюдения. Используя коэффициент корреляции спекл-изображений, мы имеем возможность оценить время всего процесса формирования

структуры поверхности образца.

Общая яркость пламени имеет несколько максимумов для всех образцов порошковой смеси  $\text{наноAl} + \text{наноFe}$ . Эти максимумы для образца 1 (рис. 4.18, а) соответствуют кадрам реальной сцены процесса горения  $\text{наноAl} + \text{наноFe}$ , записанным USB-камерой (рис. 2.16) и представленным на рис. 4.17. Из-за короткого периода индукции и множественных локализаций горения температура процесса и яркость всего образца увеличиваются с меньшей задержкой момента зажигания по сравнению с нанопорошком алюминия.

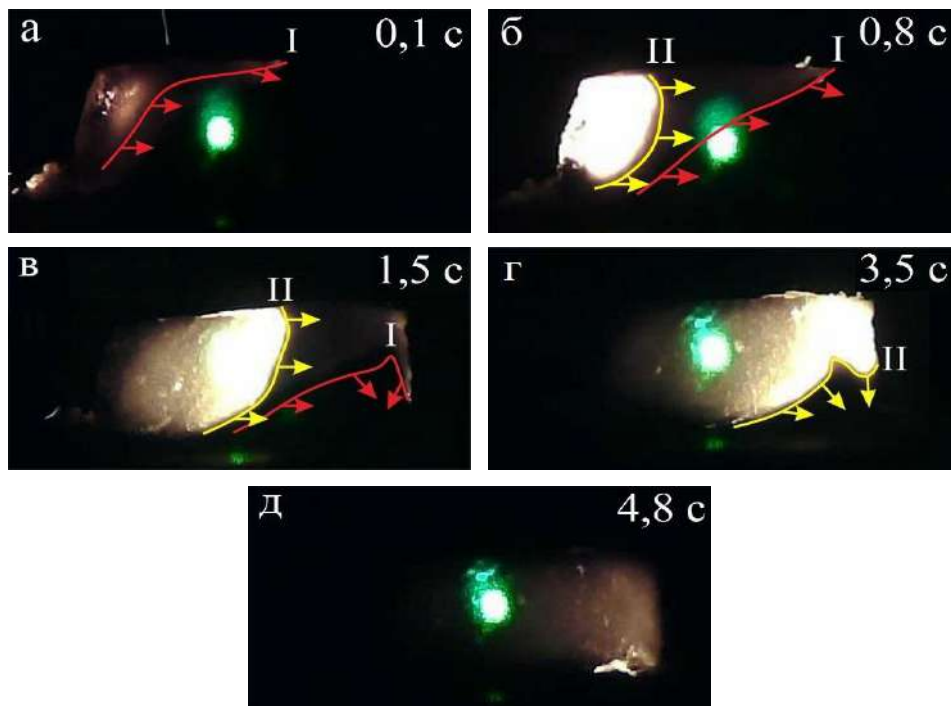


Рис. 4.17. Изображения горения порошковой смеси  $\text{наноAl} + \text{наноFe}$  в воздухе. Красные линии – распространение первого фронта низкотемпературной волны, желтые линии – распространение второго фронта высокотемпературной волны

На рис. 4.18 представлены аналогичные зависимости для горения четырех образцов порошковой смеси нанопорошка алюминия и железа. Как и после инициирования нанопорошка алюминия, кривые коэффициента корреляции имеют два отрицательных пика, которые возникают при изменении поверхности нанопорошка во время распространения тепловых волн. Тенденции изменения средней яркости спекл-изображений и средней яркости изображений на лазерном мониторе совпадают. Они имеют только

незначительные колебания во время первой волны горения. Кривые средней яркости спекл-изображений постепенно увеличиваются в течение первой стадии сгорания, периода индукции и второй волны горения.

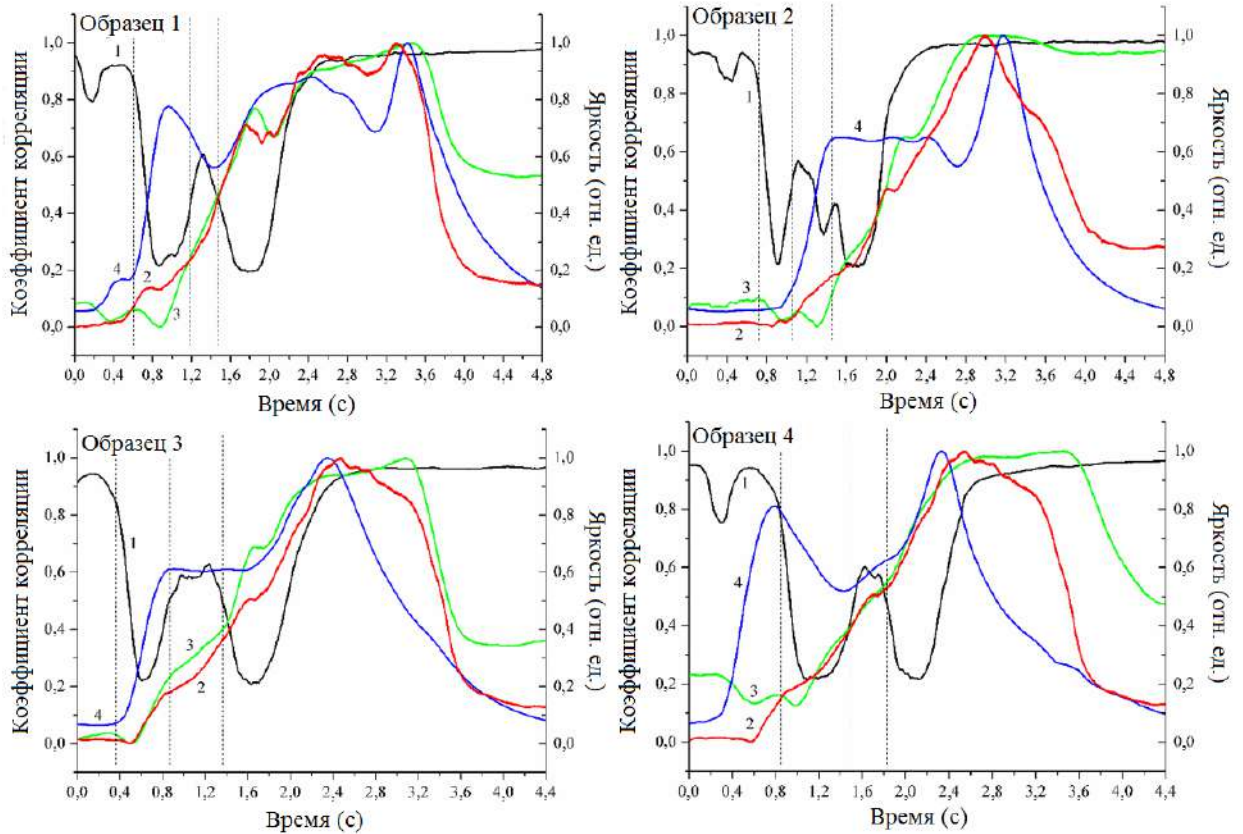


Рис. 4.18. Временные зависимости коэффициента корреляции спекл-изображений (1), средней яркости спекл-изображений (2), средней яркости изображений лазерного монитора (3), общей яркости пламени при сгорании (4) для четырех образцов смеси алюминия и нанопорошка железа

Общая яркость пламени имеет несколько максимумов для всех образцов порошковой смеси нанопорошка алюминия и железа из-за короткого индукционного периода и множественных локализаций горения. Из-за образования оксида железа желтого красного цвета на поверхности образцов отражательная способность при охлаждении уменьшается. По сравнению с другими параметрами, только коэффициент корреляции спекл-изображений позволяет количественно оценить временные параметры распространения тепловых волн нанопорошковой смеси алюминия и железа.

Метод корреляции цифровых спекл-изображений также использовался нами для исследования свертываемости плазмы и цельной крови. Результаты

обработки спекл-изображений показали возможность наблюдения изменения характера рассеяния света биологической жидкостью и оценить время свертывания плазмы крови путем анализа изменения коэффициента корреляции [153–156].

### **4.3. Выводы по главе 4**

Метод корреляции цифровых спекл-изображений применяется для исследования динамических процессов в неразрушающем контроле и диагностике. По анализу статических параметров спекл-изображений можно получить информацию об изменениях объекта, который формирует спекл-изображения. В данной диссертационной работе метод корреляции цифровых спекл-изображений впервые применен для исследования временных параметров горения нанопорошков металлов.

Разработанный аппаратно-программный комплекс для исследования динамики горения нанопорошков металлов и других рассеивающих сред на основе метода корреляции цифровых спекл-изображений позволяет определять скорость протекания и время стадий горения нанопорошков металлов в воздухе. Разработанное программное обеспечение позволяет проводить анализ спекл-изображений, а также изображений, полученных с помощью лазерного монитора.

До наблюдения процесса горения нанопорошков был разработан и оптимизирован метод корреляции цифровых спекл-изображений под эту задачу. Анализировались параметры обработки и характеристики спекл-изображений, такие как размер спекла, формулы для расчета коэффициента корреляции, размер изображения для расчета и другие условия получения спекл-изображений и расчета коэффициента корреляции.

В данной главе представлены кривые коэффициента корреляции, на основе которых возможно определить временные параметры горения, и проведено сравнение результатов, полученных разными методами. По анализу результатов наблюдения с использованием различных методов может быть

разработана оптико-физическая модель динамических процессов для сжигания высокоэнергетических материалов.

Сравнение предложенного метода корреляции цифровых спекл-изображений для исследования характеристик горения нанопорошков с лазерным мониторингом показало, что оба метода дают информацию о стадиях горения, индукционном времени, когда горение протекает в объеме образца, о неоднородностях горения. Оба метода достоверно регистрируют изменения коэффициента отражения поверхности, связанные с химическими процессами в образце.

В дополнение к оценке коэффициента отражения метод корреляции спекл-изображений позволяет оценивать механические колебания поверхности в начале первой волны горения, когда происходит прогрев поверхности без видимых изменений, и колебания поверхности в индукционный период, когда процессы происходят в объеме и не сопровождаются видимыми изменениями морфологии поверхности.

## Заключение

Основные результаты работы:

1. Для ГРТ большого (диаметр 5 см, длина 90 см) и малого (диаметр 2,5 см, длина 50 см) активного объема наиболее равномерное распределение усиления получено при средней мощности излучения 40–60 % от максимального значения. Для этого режима работы температура контейнеров с бромидом меди составила 515–530 °С без добавки HBr (для обеих ГРТ) и 475–500 °С с добавкой HBr (для ГРТ диаметром 5 см).
2. Увеличение концентрации паров бромида меди приводило к сужению профиля усиления активной среды и увеличению усиления в осевой области ГРТ. Этот эффект имел место как с добавкой HBr, так и без нее.
3. Усиление активной среды на парах бромида меди изменялось во время импульса генерации. Для ГРТ диаметром 5 см и длиной 90 см в течение первых 7–12 нс без добавки HBr и до 18 нс с добавкой HBr излучение имело распределение, близкое к гауссовскому. К концу импульса генерации профиль становился кольцевым. Аналогичное изменение профиля усиления наблюдалось в ГРТ диаметром 2,5 см.
4. Использование лазерного монитора на парах бромида меди позволило регистрировать изменения и определять характеристики поверхности образцов нанопорошков металлов во время горения с высоким временным и пространственным разрешением, несмотря на интенсивную фоновую засветку.
5. Применение фотодиодов для регистрации интенсивности выходного сигнала усилителя яркости позволило отслеживать изменения отражения поверхности и количественно характеризовать процесс горения.
6. Разработана схема формирования изображения на основе зеркальной оптики, которая позволила реализовать мониторинг высокотемпературного горения на расстоянии 50 см от оптической схемы.
7. Использование двух схем лазерного монитора с коротким и длинным фокусным расстоянием позволило наблюдать динамику процесса горения как



с микрометровым, так и с субмиллиметровым пространственным разрешением.

8. Применена внешняя лазерная подсветка для визуализации горения смесей на основе нанопорошка алюминия, которая в совокупности с цифровой видеорегистрацией позволила оценить поведение и характеристики горения смесей.

9. Впервые применен метод корреляции цифровых спекл-изображений для исследования горения нанопорошков металлов.

10. Разработан аппаратно-программный комплекс на основе различных лазерных методов, который позволяет оценивать объективные параметры процессов, на основе которых может быть разработана оптико-физическая модель динамических процессов для сжигания высокоэнергетических материалов.

## Литература

1. Nano-sized aluminum-and boron-based solid-fuel characterization in a hybrid rocket engine / G.A. Risha, B.J. Evans, E. Boyer et al. // 39th AIAA Joint Propulsion Conference and Exhibit. – Huntsville (Alabama) : Aerospace Research Central, 2003. – P. 4593.
2. Kuo K. Challenges in Propellants and Combustion: 100 Years after Nobel / K. Kuo. – New York : Begell House, 1997. – P. 1181.
3. Combustion of nano-aluminum and liquid water / G.A. Risha, S.F. Son, R. Yetter et al. // Proceedings of the Combustion Institute. – 2007. – Vol. 31, № 2. – P. 2029–2036.
4. Sitariski M. Brownian coagulation in the transition regime / M. Sitariski, J.H. Seinfeld // Journal of Colloid and Interface Science. – 1977. – Vol. 61, № 2. – P. 261–271.
5. Analysis of nano-aluminum particle dust cloud combustion in different oxidizer environments / Y. Huang, G.A. Risha, V. Yang, R.A. Yetter // 43th Aerospace Sciences Meeting and Exhibit. – Cincinnati. Aerospace Research Central. – 2005. – P. 0738.
6. Nano-aluminum as energetic material for rocket propellants / L. Meda, G. Marra, L. Galfetti et al. // Materials Science and Engineering: C. – 2007. – Vol. 27, № 5. – P. 1393–1396.
7. Pantoya M.L. Combustion behavior of highly energetic thermites: Nano versus micron composites / M.L. Pantoya, J.J. Granier // Propellants, Explosives, Pyrotechnics. – 2005. – Vol. 30, № 1. – P. 53–62.
8. Roberts T.A. Ignition and combustion of aluminum magnesium alloy particles in O<sub>2</sub> at high pressures / T.A. Roberts, R.L. Burton, H. Krier // Combustion and Flame. – 1993. – Vol. 92, № 1. – P. 125–143.
9. Yeh C.L. Ignition and combustion of boron particles / C.L. Yeh, K. Kuo // Progress in Energy and Combustion Science. – 1996. – Vol. 22, № 6. – P. 511–541.
10. Moore J. Combustion of lithium aluminum alloys / J. Moore, S. Turns, R. Yetter // Combustion Science and Technique. – 2005. – Vol. 177, № 4. – P. 627–669.

11. Maek A. Fundamentals of combustion of single aluminum and beryllium particles / A. Maek // Symposium (International) on Combustion. – 1967. – Vol. 11. – P. 203–217.
12. Size-resolved kinetic measurements of aluminum nanoparticle oxidation with single particle mass spectrometry / K. Park, D. Lee, A. Rai et al. // The Journal of Physical Chemistry B. – 2005. – Vol. 109, № 15. – P. 7290–7299.
13. Oxidation and melting of aluminum nanopowders / M.A. Trunov, S.M. Umbrajkar, M. Schoenitz et al. // The Journal of Physical Chemistry B. – 2006. – Vol. 110, № 26. – P. 13094–13099.
14. Levitas V.I. Burn time of aluminum nanoparticles: Strong effect of the heating rate and melt-dispersion mechanism / V.I. Levitas // Combustion and Flame. – 2009. – Vol. 156, № 2. – P. 543–546.
15. Understanding the mechanism of aluminium nanoparticle oxidation / A. Rai, K. Park, L. Zhou, M. Zachariah // Combustion Theory and Modelling. – 2006. – Vol. 10, № 5. – P. 843–859.
16. Melt dispersion mechanism for fast reaction of nanothermites / V.I. Levitas, B.W. Asay, S.F. Son, M. Pantoya // Applied Physics Letters. – 2006. – Vol. 89, № 7. – P. 071909–071912.
17. Modeling the combustion of nano-sized aluminum particles / K. Aita, N. Glumac, S. Vanka, H. Krier // 44th AIAA Joint Propulsion Conference and Exhibit. – Huntsville : Aerospace Research Central. – 2006. – P. 1156.
18. Dreizin E.L. Phase Changes in Metal Combustion / E.L. Dreizin // Progress in Energy and Combustion Science. – 2000. – Vol. 26. – I. 1. – P. 57–78.
19. Иванов В.Г. Закономерности окисления и самовоспламенения на воздухе электровзрывных ультрадисперсных порошков металлов / В.Г. Иванов, О.В. Гаврилюк // Физика горения и взрыва. – 1999. – Т. 35, № 6. – С. 53–60.
20. Гуревич М.А. О влиянии пленки окисла на характеристики воспламенения алюминия / М.А. Гуревич, Е.С. Озеров, А.А. Юринов // Физика горения и взрыва. – 1978. – Т. 14, № 4. – С. 50–55.
21. О механизме окисления порошкообразных металлов в процессе их

нагревания на воздухе / В.Г. Шевченко, В.И. Кононенко, М.А. Булатов и др. // Физика горения и взрыва. – 1998. – Т. 34. – № 1. – С. 45–49.

22. Шевченко В.Г. Влияние свойств поверхностного слоя оксида на окисление порошков алюминия / В.Г. Шевченко, М.А. Булатов, В.И. Кононенко // Порошковая металлургия. – 1988. – № 2. – С. 1–5.

23. Il'in A.P. Phase formation sequence in combustion of pressed aluminum nanopowder in air studied by synchrotron radiation / A.P. Il'in, A.V. Mostovshchikov, N.A. Timchenko // Combustion, Explosion, and Shock Waves. – 2013. – Vol. 49. – P. 320–324.

24. Громова А.А. Горение нанопорошков металлов / А.А. Громова. – Томск : Дельтаплан, 2008. – 382 с.

25. Emission spectroscopy of flame fronts in aluminum suspensions / S. Goroshin, J. Mamen, A. Higgins et al. // Proceedings of the Combustion Institute. – 2007. – Vol. 31. – P. 2011–2019.

26. Combustion Characteristics of Stoichiometric Al-CuO Nanocomposite thermites prepared by different methods / I. Monk, M. Schoenitz, R.J. Jacob et al. // Combustion Science and Technology. – 2017. – Vol. 189, № 3. – P. 555–574.

27. Levenspiel O. Chemical Reaction Engineering / O. Levenspiel. – New York : John Wiley and Sons, 1962. – 704 p.

28. Allen D. Heat Transfer effects in nano-aluminum combustion at high temperatures / D. Allen, H. Krier, N. Glumac // Combustion and Flame. – 2014. – Vol. 161, № 1. – P. 295–302.

29. Bazyn T. Combustion of nanoaluminum at elevated pressure and temperature behind reflected shock waves / T. Bazyn, H. Krier, N. Glumac // Combustion and Flame. – 2006. – Vol. 145, № 3. – P. 703–713.

30. Gleiter H. On the structure of grain boundaries in metals / H. Gleiter // Materials Science and Engineering. – 1982. – Vol. 52. – P. 91–102.

31. Gleiter H. Nano structured materials / H. Gleiter // Acta Metallurgica Sinica. – 1997. – Vol. 33, № 2. – P. 30–38.

32. Новоженев В.А. Калориметрические методы исследования

неорганических веществ / В.А. Новоженев. – Барнаул : Издательство Алтайского государственного университета, 1994. – 96 с.

33. Уэндландт У. Термические методы анализа / У. Уэндландт. – Москва : Мир, 1978. – 527 с.

34. Ильин А.П. Об активности порошков алюминия / А.П. Ильин, А.А. Громов, Г.В. Яблуновский // Физика горения и взрыва. – 2001. – Т. 37, № 4. – С. 58–62.

35. Гордое А.Н. Основы пирометрии / А.Н. Гордое. – Москва : Металлургия, 1971. – 447 с.

36. Данилевский К.С. Высокотемпературные термопары / К.С. Данилевский, Н.И. Сведе-Швец. – Москва : Металлургия, 1977. – 232 с.

37. Изучение зарождения, роста и формирования AlN при горении в воздухе нанопорошка алюминия с использованием синхротронного излучения / А.П. Ильин, Н.А. Тимченко, А.В. Мостовщиков и др. // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – Т. 54, № 11-3. – С. 307–311.

38. Il'in A.P. Phase formation sequence in combustion of pressed aluminum nanopowder in air studied by synchrotron radiation / A.P. Il'in, A.V. Mostovshchikov, N.A. Timchenko // Combustion, Explosion and Shock Waves. – 2013. – Vol. 49. – P. 320–324.

39. Gaydon A.G. The Shock Tube in High Temperature Chemical Physics / A.G. Gaydon, I.R. Hurler. – New York : Reinhold Publishing Corporation, 1963. – 367 p.

40. Glass I.I. Nonstationary flows and shock waves / I.I. Glass, J.P. Sislian. – Oxford : Clarendon Press Oxford, 1994. – 561 p.

41. Allen D.J. Dynamics of nanoparticle combustion: diss. Ph.D. in Mechanical Engineering / D.J. Allen. – Urbana, 2015. – 118 p.

42. Lynch P. Emissivity of aluminum-oxide particle clouds: Application to pyrometry of explosive fireballs / P. Lynch, H. Krier, N. Glumac // Journal of Thermophysics and Heat Transfer. – 2010. – Vol. 24, № 2. – P. 301–308.

43. Comparison of LII and TEM sizing during synthesis of iron particle

chains / B.F. Kock, C. Kayan, J. Knipping et al. // *Proceedings of the Combustion Institute*. – 2005. – Vol. 30, № 1. – P. 1689–1697.

44. Nanoparticle formation from supersaturated carbon vapour generated by laser photolysis of carbon suboxide / A. Eremin, E. Gurentsov, M. Hofmann et al. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2006. – Vol. 39, № 20. – P. 4359–4365.

45. Starke R. Nano-particle sizing by laser-induced-incandescence (lii) in a shock wave reactor / R. Starke, B. Kock, P. Roth // *Shock Waves*. – 2003. – Vol. 12, № 5. – P. 351–360.

46. Benson D.A. An electro-optic explosive igniter / D.A. Benson, B.H. Rose // *SAND*. – 1987. – Art no 87-2597.

47. Kingsporn P.E. Surface preparation and characterization of a 400 um diameter fused silica optical fiber for direct optical initiation (DOI) Application / P.E. Kingsporn // *SAND*. – 1992. – Art no. 92-005485.

48. Yong L.D. Laser initiation of explosives, pyrotechnics and propellants: a review / L.D. Yong, T. Nguyen, J. Wasch. – New York : Department of Defence, 1995. – P. 2–38.

49. Rainsford G. Visualization of detonation propagation in a round tube equipped with repeating orifice plates / G. Rainsford, D.J. Aulakh, G. Ciccarelli // *Combustion and Flame*. – 2018. – Vol. 198. – P. 205–221.

50. Experimental investigation of the combustion products in an aluminised solid propellant / Z. Liu, S. Li, M. Liu et al. // *Acta Astronautica*. – 2017. – Vol. 133. – P. 136–144.

51. Study of aluminum particle combustion in solid propellant plumes using digital in-line holography and imaging pyrometry / Y. Chen, D.R. Guildenbecher, N.G. Kathryn et al. // *Combustion and Flame*. – 2017. – Vol. 182. – P. 225–237.

52. Laser monitors for high speed imaging of materials modification and production / M.V. Trigub, V.V. Platonov, G.S. Evtushenko et al. // *Vacuum*. – 2017. – Vol. 143. – P. 486–490.

53. Quantitative assessment of flame stability through image processing and spectral analysis / D. Sun, G. Lu, H. Zhou et al. // *IEEE Transactions on*

Instrumentation and Measurement. – 2105. – Vol. 64, № 12. – P. 3323–3333.

54. Online cross-sectional monitoring of a swirling flame using TDLAS tomography / C. Liu, Z. Cao, Y. Lin et al. // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. – 2018. – Vol. 67, № 6. – P. 1338–1348.

55. Ervin B. Ignition of aluminum powders by electro-static discharge / B. Ervin, L.D. Edward // Combustion and Flame. – 2010. – Vol. 157. – P. 1346–1355.

56. Sullivan K. Simultaneous pressure and optical measurements of nanoaluminum thermites: investigating the reaction mechanism / K. Sullivan, M.R. Zachariah // Journal of Propulsion and Power. – 2010. – Vol. 26, № 3. – P. 467–472.

57. Лазерный проекционный микроскоп / К.И. Земсков, А.А. Исаев, М.А. Казарян, Г.Г. Петраш // Квантовая электроника. – 1974. – Т. 1, № 1. – С. 14–15.

58. Исследование основных характеристик лазерного проекционного микроскопа / К.И. Земсков, А.А. Исаев, М.А. Казарян, Г.Г. Петраш // Квантовая электроника. – 1976. – Т. 3, № 1. – С. 35–43.

59. Проекционная система с усилителем яркости на парах хлорида меди / К.И. Земсков, М.А. Казарян, Т.И. Пехошкина, А.Н. Трофимов // Квантовая электроника. – 1979. – Т. 62, № 2. – P. 391–394.

60. Kazaryan M.A. Pulsed lasers on copper halide active medium / M.A. Kazaryan, G.G. Petrash, A.N. Trofimov // Papers of Lebedev Physical Institute. – 1987. – Vol. 181. – P. 54–121.

61. Активные оптические системы с усилителем на парах бромида меди / Д.Н. Астаджов, Н.К. Вучков, К.И. Земсков и др. // Квантовая электроника. – 1988. – Т. 15, № 4. – С. 716–719.

62. Евтушенко Г.С. Лазеры на парах металлов с высокими частотами следования импульсов / Г.С. Евтушенко, Д.В. Шиянов, Ф.А. Губарев. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 274 с.

63. Шиянов Д.В. Лазер на парах бромида меди с высокой частотой следования импульсов: дис. ... физ.-мат. наук : 01.04.05 / Д.В. Шиянов. – Томск,

2007. – 125 с.

64. Батенин В.М. Исследование поверхностей электродов угольной дуги во время ее горения / В.М. Батенин, И.И. Климовский, Л.А. Селезнева // Доклады Академии наук. – 1988. – Т. 303, № 3. – С. 857–860.

65. Абросимов Г.В. Использование лазерной среды для фотографирования поверхности, закрытой слоем плазмы / Г.В. Абросимов, М.М. Польский, В.Б. Саенко // Квантовая электроника. – 1988. – Т. 15, № 4. – С. 850–852.

66. Применение оптических систем с усилителями яркости для исследования поверхностей электродов из графита и пирографита во время горения дуги / В.М. Батенин, В.Ю. Глина, И.И. Климовский, Л.А. Селезнева // Теплофизика высоких температур. – 1991. – Т. 29, № 6. – С. 1024–1210.

67. Исследования областей замыкания тока на электродах слаботочной угольной дуги атмосферного давления с помощью лазерного монитора / Э.И. Асиновский, В.М. Батенин, И.И. Климовский, В.В. Марковец // Теплофизика высоких температур. – 2011. – Т. 39, № 5. – С. 794–809.

68. Laser monitor for non-destructive testing of materials and processes shielded by intensive background lighting / G.S. Evtushenko, M.V. Trigub, F.A. Gubarev et al. // Review of Scientific Instruments. – 2014. – Vol. 85, № 033111. – P. 1–5.

69. Corona discharge in atmospheric pressure air under a modulated voltage pulse of 10 ms / D.V. Rybka, I.V. Andronikov, G.S. Evtushenko et al. // Atmospheric and Oceanic Optics. – 2013. – Vol. 26, № 5. – P. 449–453.

70. High-Speed Process Visualization Using Metal Vapor Brightness Amplifiers / F.A. Gubarev, G.S. Evtushenko, M.V. Trigub et al. // 11 European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014). – 2014. – Art no. 41.

71. Technological combustion of mineral-based powder systems in the production of porous composites / A.I. Kirdyashkin, R.A. Yusupov, Y.M. Maksimov, V.D. Kitler // Combustion, Explosion and Shock Waves. – 2002. – Vol. 38. – P. 566–570.



72. Yamaguchi I. Speckle displacement and deformation in the diffraction and image fields for small object deformation // *Optica Acta*. – 1981. – Vol. 28, № 10. – P. 1359–1376.
73. Peters W.H. Digital imaging techniques in experimental stress analysis / W.H. Peters, W.F. Ranson // *Optical Engineering*. – 1981. – Vol. 21. – P. 427–431.
74. Peters W.H. Application of digital correlation Methods to rigid body mechanics / W.H. Peters, W.F. Ranson, M.A. Sutton // *Optical Engineering*. – 1983. – Vol. 22, № 6. – P. 738–742.
75. Sutton M.A. Detection of displacement using an improved digital correlation method / M.A. Sutton, W.J. Wolters, W.H. Peters // *Image and Vision Computing*. – 1983. – Vol. 1, № 3. – P. 133–139.
76. Sutton M.A. Determination of deformations using digital correlation with the Newton-Raphson method for partial differential corrections / M.A. Sutton, H.A. Bruck, S.R. Mc Neill // *Experimental Mechanics*. – 1989. – Vol. 29. – P. 261–267.
77. Pilch A. Measurement of Whole-Field surface displacements and strain using a genetic algorithm based intelligent image correlation method / A. Pilch, A. Mahajan, T. Chu // *Journal of Dynamic Systems: Measurement and Control*. – 2004. – Vol. 126, № 9. – P. 479–488.
78. Vendroux G. Submicron deformation field measurements: part III, demonstration of deformation determination / G. Vendroux, W.G. Knauss // *Experimental Mechanics*. – 1998. – Vol. 38. – P. 154–160.
79. Durig B.R. Digital image correlation measurements of strain in bovine retina / B.R. Durig, W.H. Peters, M.A. Hammer // *Proceedings. SPIE*. – 1988. – Vol. 954. – P. 438–446.
80. Zink A.G. Effects of Composite Structure on Strain and Failure of Laminar and Wafer Composites / A.G. Zink, R.W. Davidson, R.B. Hanna // *Composite Materials Structures*. – 1997. – Vol. 4. – P. 345–352.
81. Gonzalez J. Strain in homogeneity and discontinuous crack growth in a particulate composite / J. Gonzalez, W.G. Knauss // *Journal Mechanics and Physics of Solids*. – 1998. – Vol. 46, № 10. – P. 1981–1996.

82. Sutton M.A. Experimental investigations of three-dimensional effects near a crack-tip using computer vision / M.A. Sutton, H.A. Bruck, T.L. Chae // *International Journal of Fracture*. – 1991. – Vol. 53. – P. 201–228.
83. Han G. A study of stable crack growth in thin SEC specimens of 304 stainless steel / G. Han, M.A. Sutton, Y.J. Chao // *Engineering Fracture Mechanics*. – 1995. – Vol. 52. – P. 525–555.
84. Dawicke D.S. CTOA and crack tunneling measurements in thin sheet 2024-T3 aluminum alloy / D.S. Dawicke, M.A. Sutton // *Experimental Mechanics*. – 1994. – Vol. 34. – P. 357–368.
85. Mc Neill S.R. Measurement of surface profile using digital image correlation / S.R. Mc Neill, M.A. Sutton, Z. Miao // *Experimental Mechanics*. – 1997. – Vol. 37. – P. 13–20.
86. Lyons J.S. Deformation measurements at 650 °C with computer vision / J.S. Lyons, J. Liu, M.A. Sutton // *Experimental Mechanics*. – 1996. – Vol. 36. – P. 64–70.
87. Digital speckle correlation for strain measurement by image analysis / D. Amodio, G.B. Broggiato, F. Campana, G.M. Newaz // *Experimental Mechanics*. – 2003. – Vol. 43, № 4. – P. 396–402.
88. An automated approach for direct measurement of two-dimensional strain distributions within articular cartilage under unconfined compression / C.C. Wang, J.M. Deng, G.A. Ateshian, C.T. Hung // *Journal of Biomechanical Engineering*. – 2002. – Vol. 124, № 10. – P. 557–567.
89. Lecompte D. Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation / D. Lecompte, A. Smits, S. Bossuyt // *Optics and Lasers in Engineering*. – 2006. – Vol. 44. – P. 1132–1145.
90. Choi S. Measurement of deformations on concrete subjected to compression using image correlation / S. Choi, S.P. Shah // *Experimental Mechanics*. – 1997. – Vol. 37, № 3. – P. 307–313.
91. Muszyński L. Short term creep tests on phenol resorcinol formaldehyde (PRF) resin undergoing moisture content changes / L. Muszyński, F. Wang,

S.M. Shaler // Wood and Fiber Science. – 2002. – Vol. 34, № 4. – P. 612–624.

92. Chasiotis I. A new microtensile tester for the study of MEMS materials with the aid of atomic force microscopy / I. Chasiotis, W.G. Knauss // Experimental. Mechanics. – 2002. – Vol. 42, № 1. – P. 51–57.

93. Sun Z.L. Measuring microscopic deformations with digital image correlation / Z.L. Sun, J.S. Lyons, S.R. Mc'Neill // Optics and Lasers in Engineering. – 1997. – Vol. 27. – P. 409–428.

94. Khaksari K. Laser speckle contrast imaging is sensitive to advective flux / K. Khaksari, S.J. Kirkpatrick // Journal of Biomedical Optics. – 2016. – Vol. 21, № 7. – P. 1–8.

95. Bezemer R. Validation of near-infrared laser speckle imaging for assessing microvascular (re)perfusion / R. Bezemer, E. Klijn // Microvascular Research. – 2010. – Vol. 79. – P. 139–143.

96. Postnov D.D. Estimation of vessel diameter and blood flow dynamics from laser speckle images / D.D. Postnov, V.V. Tuchin, O. Sosnovtseva // Biomedical Optics Express. – 2016. – Vol. 7, № 7. – P. 1–10.

97. Yevgeny B. Remote estimation of blood pulse pressure via temporal tracking of reflected secondary speckles pattern / B. Yevgeny // Journal of Biomedical Optics. – 2010. – Vol. 15, № 6. – P. 1–8.

98. Simultaneous remote extraction of multiple speech sources and heart beats from secondary speckles pattern / Z. Zalevsky, Y. Beiderman, I. Margalit et al. // Optics Express. – 2009. – Vol. 17, № 24. – P. 21566–21580.

99. In vivo dynamic light scattering imaging of blood coagulation / V. Kalchenko, A. Brill, M. Bayewitch et al. // Journal of Biomedical Optics. – 2007. – Vol. 12, № 5. – P. 1–4.

100. Magalie F. Coagulation dynamics of a blood sample by multiple scattering analysis / F. Magalie, P. Philippe // Journal of Biomedical Optics. – 2011. – Vol. 16. – No 5. – P. 1–9.

101. Little C.E. Metal vapor lasers: physics, engineering and applications / C.E. Little // Chichester. ENG: John Wiley & Sons Ltd, 1999. – 480 p.

102. High-brightness Metal Vapour Lasers. Volume I: Physical Fundamentals and Mathematical Models / V.M. Batenin, V.V. Buchanov, A.M. Boichenko et al. // Boca Raton. Florida. CILIA: CRC Press. – 2017. – 542 p.

103. Withford M.J. Advances in copper laser technology: kinetic enhancement / M.J. Withford // Progress Quantum Electronics. – 2004. – Vol. 28, № 3. – P. 165–196.

104. Astadjov D. M2 of MOPA CuBr laser radiation / D. Astadjov, L. Stoychev, N. Sabotinov // Optical Quantum. Electronics. – 2007. – Vol. 39. – P. 603–610.

105. Skripnickenko A.S. Method of two-pulse frequency regulation of copper-vapor laser parameters / A.S. Skripnickenko, A.N. Soldatov, N.A. Yudin // Journal Russian Laser Research. – 1995. – Vol. 16, № 2. – P. 134–137.

106. A stabilized copper bromide laser with computer-controlled operating modes and a mean lasing power of 20 W / V.A. Dimaki, V.B. Sukhanov, V.O. Troitskii, A.G. Filonov // Instruments. Experimental Techniques. – 2012. – Vol. 55, № 6. – P. 696–700.

107. Tiwari G.N. Effect of addition of hydrogen to neon buffer gas of copper bromide vapor laser on its spectral and temporal characteristics / G.N. Tiwari // Optical Communication. – 2015. – Vol. 338. – P. 322–327.

108. Method and instruments for visual and optical diagnostics of objects and fast processes / G.S. Evtushenko // New York. Nova Science Publishers. – 2018. – 248 p.

109. Петраш Г.Г. Оптические системы с усилителями яркости / Г.Г. Петраш. – М. : Наука, 1991. – 152 с.

110. Observation of objects under intense plasma background illumination / R.O. Buzhinsky, V.V. Savransky, K.I. Zemskov et al. // Plasma Physics Reports. – 2010. – Vol. 36, № 13. – P. 1269–1271.

111. Abramov D.V. On the possibility of studying the temporal evolution of a surface relief directly during exposure to high-power radiation / D.V. Abramov // Quantum Electronics. – 2006. – Vol. 36, № 6. – P. 569–575.

112. Videoscope on the basis of copper vapor laser for spatially-temporal diagnostics of tokamak discharge chamber internal components / O.I. Buzhinskij, V.G. Otroshchenko, A.A. Slivitsky, I.A. Slivitskaya // Plasma Devices Operations. – 2003. – Vol. 11, № 3. – P. 155–160.

113. Визуализация процесса СВС с использованием активных сред CuBr-лазеров / М.В. Тригуб, Г.С. Евтушенко, А.И. Кирдяшкин и др. // Ползуновский вестник. – 2012. – № 2/1. – С. 181–184.

114. Визуализация с помощью лазерного монитора взаимодействия лазерного излучения с поверхностью стекло- и пироуглерода / Д.В. Абрамов, А.Ф. Галкин, С.В. Жаренова, и др. // Известия Томского политехнического университета. – 2008. – Т. 312. – № 2. – С. 97–101.

115. Лазеры на парах бромида меди нового поколения / О.С. Андриенко, Ф.А. Губарев, В.А. Димаки и др. // Оптика атмосферы и океана. – 2009. – Т. 22, № 10. – С. 999–1009.

116. Effect of gas mixture composition and pump conditions on the parameters of the CuBr-Ne-H<sub>2</sub>(HBr) laser / D.V. Shiyanov, G.S. Evtushenko, V.B. Sukhanov, V.F. Fedorov // Quantum Electron. – 2007. – Vol. 37, № 49. – P. 49–52.

117. Filonov A.G. A reversible HBr source for a copper bromide vapor laser / A.G. Filonov, D.V. Shiyanov // Instruments and Experimental Techniques. – 2013. – Vol. 56. – P. 349–352.

118. Modeling technique of capacitive discharge pumping of metal vapor lasers for electrode capacitance optimization / F.A. Gubarev, G.S. Evtushenko, N.K. Vuchkov et al. // Review of Scientific. Instruments. – 2012. – Vol. 83, № 055111. – P. 1–5.

119. Study of scalability of capacitive excited CuBr lasers / F.A. Gubarev, M.V. Trigub, G.S. Evtushenko, K.V. Fedorov // Atmospheric and Oceanic Optics. – 2013. – Vol. 26. – P. 241–244.

120. Gain characteristics of large volume CuBr laser active media / F.A. Gubarev, V.O. Troitskiy, M.V. Trigub, V.B. Sukhanov // Optics Communications. – 2011. – Vol. 284. – P. 2565–2568.

121. A stabilized copper bromide laser with computer-controlled operating modes and a mean lasing power of 20 W / V.A. Dimaki, V.B. Sukhanov, V.O. Troitskii, A.G. Filonov // *Instruments and Experimental Techniques*. – 2012. – Vol. 55. – P. 696–700.
122. Radial distribution of radiation in a CuBr vapor brightness amplifier used in laser monitors / F.A. Gubarev, M.V. Trigub, M.S. Klenovskii et al. // *Applied Physics B Laser Optics*. – 2016. – Vol. 122, № 1. – Art no. 2.
123. Frequency characteristics of sealed-off CuBr laser / G.S. Evtushenko, V.Y. Kashaev, V.B. Sukhanov, V.V. Tatur // *Processing SPIE*. – 2002. – Vol. 4747. – P. 198–201.
124. Il'yin A.P. Synthesis and characterization of metal carbides nanoparticles produced by electrical explosion of wires / A.P. Il'yin, O.B. Nazarenko, D.V. Tikhonov // *Journal Nanoscience Nanotechnology*. – 2012. – Vol. 12. – P. 8137–8142.
125. <http://www.nanosized-powders.com/en/> (Accessed 13 July 2018).
126. Mironov E.G. Titanium nano-antenna for high-power pulsed operation / E.G. Mironov // *Journal of Lightwave Technology*. – 2013. – Vol. 31. – P. 2459–2466.
127. Conditions of millisecond laser ignition and thermostability for ammonium perchlorate/aluminum mixtures / V. Medvedev, V. Tsipilev, A. Reshetov, A.P. Il'yin // *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*. – 2017. – Vol. 42, № 3. – P. 243–246.
128. Фомин А.В. Общий курс фотографии : учеб. для техникумов / А.В. Фомин. – 3-е изд., перераб. и доп. – М. : Легпромбытиздат, 1987. – 256 с.
129. Application and Technique of digital speckle correlation / G. Jin, L. Meng, J. Chen et al. // *Experimental Mechanics*. – 2006. – Vol. 21, № 6. – P. 689–702.
130. Zhang D. Compression strain measurement by digital speckle correlation / D. Zhang, X. Zhang, G. Cheng // *Experimental Mechanics*. – 1999. – Vol. 39, № 1. – P. 62–65.

131. Lu H. Deformation measurements by digital image correlation: implementation of a second-order displacement gradient / H. Lu, P.D Cary // *Experimental Mechanics*. – 2000. – Vol. 40, № 4. – P. 393–400.
132. Okamoto K. New tracking algorithm for particle image velocimetry / K. Okamoto, Y.A. Hassan, W.D. Schmidi // *Experimental in Fluids*. – 1995. – Vol. 19. – P. 342–347.
133. Roesgen T. Two-dimensional on-line particle Imaging velocimetry / T. Roesgen, R. Totaro // *Experimental in Fluids*. – 1995. – Vol. 19. – P. 188–193.
134. Gui L. A comparative study of the MOD method and several correlation-base PIV evaluation algorithms / L. Gui, W. Merzkirch // *Experimental in Fluids*. – 2000. – Vol. 28. – P. 36–44.
135. Schreier W.S. Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation / W.S. Schreier, J.R. Braasch, M.A. Sutton // *Optical Engineering*. – 2000. – Vol. 39, № 11. – P. 2915–2921.
136. Reu P.L. Experimental and numerical methods for exact subpixel shifting / P.L. Reu // *Experimental Mechanics*. – 2011. – Vol. 51. – P. 443–452.
137. Губарев Ф.А. Радиальное распределение однопроходового излучения в активном элементе лазерного монитора / Ф.А. Губарев, Г.С. Евтушенко, Л. Ли // *Контроль. Диагностика*. – 2014. – № 13. – С. 160–162.
138. Ли Л. Исследование профиля излучения лазерного монитора на парах бромида меди / Ли Линь, Ф.А. Губарев, М.С. Кленовский // *Труды XXI Международной научной конференции «Современные техника и технологии»*. – Томск, 2016. – С. 264–266.
139. Gubarev F.A. Radial distribution of a single-pass amplified radiation in the active elements of CuBr lasers / F.A. Gubarev , M.S. Klenovskii , L. Li // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2015. – Vol. 81, № 1. – P. 1–8.
140. Spatial-temporal gain distribution of a CuBr vapor brightness amplifier / F.A. Gubarev, L. Li, M.S. Klenovskii, D.V. Shiyanov // *Applied Physics B: Lasers and Optics*. – 2016. – Vol. 123, № 11. – Art no. 284.

141. Study of self-propagating high-temperature synthesis of aluminium nitride using a laser monitor / L. Li, A.P. Ilyin, F.A. Gubarev, A.V. Mostovshchikov, M.S. Klenovskii // *Ceramics International*. – 2018. – Vol. 44, № 16. – P. 19800–19808.
142. Copper bromide laser monitor for combustion processes visualization / F.A. Gubarev, A.V. Mostovshchikov, M.S. Klenovskii // *Progress in Electromagnetics Research Symposium (PIERS)*. – Shanghai, 2016. – P. 2666–2670.
143. Optical system with brightness amplification for monitoring the combustion of aluminum-based nanopowders / L. Li, A.V. Mostovshchikov, A.P. Il'yin et al. // *IEEE Transaction on Instrumentation and Measurement*. – 2019 (early access).
144. Aluminum nanopowder combustion monitoring using an optical system with brightness amplification / F.A. Gubarev, A.V. Mostovshchikov, A.P. Il'in, L. Li // *2017 Progress in electromagnetics research symposium – spring (PIERS)*. – St Petersburg, 2017. – P. 2694–2698.
145. High-speed visualization of nanopowder combustion in air / F.A. Gubarev, M.S. Klenovskii, L. Li, A.V. Mostovshchikov, A.P. Ilyin // *Optica Pura y Aplicada*. – 2018. – Vol. 51, № 4. – P. 1–7.
146. Monitoring of aluminum nanopowder combustion ignited by laser radiation / L. Li, A.V. Mostovshchikov, A.P. Il'in, F.A. Gubarev // *Progress in Electromagnetics Research Letters*. – Vol. 75. – 2018. – P. 125–130.
147. Monitoring of nanopowder combustion ignited by laser radiation / L. Li, A.V. Mostovshchikov, A.P. Ilyin et al. // *Progress in Electromagnetics Research Symposium*. – Toyama, 2018. – P. 311–316.
148. Пат. 2685072 Российская Федерация, МПК G 02 B21/00. Способ исследования процесса горения порошков металлов или их смесей / Губарев Ф.А., Ли Л., Мостовщиков А.В., Ильин А.П. ; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет. – № 2018124600 ; заявил. 06.07.18 ; опубл. 16.04.19, Бюл. № 11 . – 2 с.
149. Пат. 2685040 Российская Федерация, МПК G 02 B21/00. Устройство



для исследования процесса горения порошков металлов или их смесей / Губарев Ф.А., Ли Линь, Мостовщиков А.В., Ильин А.П. ; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет. – № 2018124662 ; заявил. 06.07.18 ; опубл. 16.04.19, Бюл. № 11 . – 2 с.

150. Пат. 2687308 Российская Федерация, МПК G 02 B21/00. Устройство для исследования процесса горения порошков металлов или их смесей / Губарев Ф.А., Ли Л., Мостовщиков А.В., Ильин А.П. ; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет. – № 2018124663 ; заявил. 06.07.18 ; опубл. 13.05.19, Бюл. № 14 . – 2 с.

151. Gubarev F.A. A mirror based scheme of a laser projection microscope / F.A. Gubarev, L. Li, M.S. Klenovskii // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 81. – Art no. 012016.

152. Effect of iron and boron ultrafine powders on combustion of aluminized solid propellants / A.G. Korotkikh, O.G. Glotov, V.A. Arkhipov et al. // Combustion and Flame. – 2017. – Vol. 178. – P. 195–204.

153. Ли Л. Анализ динамики прозрачности жидкой среды методом цифровой корреляции спекл-изображений / Л. Ли, А.И. Блошкина, Ф.А. Губарев // Интерэкспо Гео-Сибирь. – 2017. – Т. 5, № 2. – С. 1–5.

154. Li L. Liquid transparency changing dynamics estimation by means of digital speckle correlation / L. Li, A.I. Bloshkina, F.A. Gubarev // 2017 Progress in electromagnetics research symposium – spring (PIERS). – St Petersburg, 2017. – P. 3172–3175.

155. Оценка свертываемости плазмы крови методом корреляции лазерных спекл-изображений / Л. Ли, Ю.Д. Сытник, Ф.А. Губарев, Я.С. Пеккер // Медицинская техника. – 2018. – № 3. – С. 23–25.

156. Application of Laser-Speckle Correlation Method for Blood Coagulation Estimation / L. Li, I.D. Sytnik, Y.S. Pekker, F.A. Gubarev // Progress in Electromagnetics Research Symposium. – Toyama, 2018. – P. 320–323.

157. Vibration measurement by means of digital speckle correlation / L. Li, F.A. Gubarev, M.S. Klenovskii, A.I. Bloshkina // 2016 International Siberian

Conference on Control and Communications. (SIBCON). – Omsk, 2016. – Art no. 7491753.

158. Speckle pattern processing by digital image correlation / F. Gubarev, L. Li, M. Klenovskii, A. Glotov // MATEC Web of Conferences. – 2016. – Vol. 48. – Art no. 04003.

159. Investigation of extracting information from vibrating objects by digital speckle correlation / A.I. Bloshkina, L. Li, F.A. Gubarev, M.S. Klenovskii // International Conference of Young Specialists on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices (EDM). – Novosibirsk, 2016. – P. 637–641.

160. Ли Л. Исследование влияния характеристик источника излучения на точность метода цифровой корреляции спекл-изображений / Л. Ли, Ф.А. Губарев // Труды VII Научно-практической конференции «Информационно-измерительная техника и технологии». – Томск, 2016. – С. 238.

161. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ 2018610433 Российская Федерация, Оценка времени свертывания крови методом анализа цифровых спекл-изображений / Ли Л., Губарев Ф.А. – № 2017661573 ; заявил. 13.11.17 ; опубл. 11.01.18.

162. High-speed visualization of aluminum nanopowder combustion in air / F. Gubarev, A. Mostovshchikov, A. Ilyin, L. Li // Proceedings of SPIE. – 2019. – Vol. 11066. – Art no. 1106610.



УТВЕРЖДАЮ  
 Первый проректор ТПУ,  
 д.х.н., профессор  
 М.С. Юсубов  
 «05» \_\_\_\_\_ 2019 г.

### Акт

использования результатов диссертационной работы  
 Л. Ли «Аппаратно-программный лазерный комплекс для исследования  
 динамики высокотемпературного горения» в учебном процессе.

Настоящим актом подтверждаем, что часть результатов диссертационной работы Ли Линя включена в курс «Optical Methods in Biology and Medicine» (на английском языке) для студентов магистратуры Исследовательской школы химических и биомедицинских технологий Томского политехнического университета.

Разработаны две лабораторные работы:

1. Application of digital speckle correlation method for bioliquids study / Применение метода корреляции цифровых спекл-изображений для исследования биологических жидкостей.
2. Metal nanopowders combustion imaging using an optical system with copper bromide brightness amplifier / Визуализация горения нанопорошков металлов с использованием усилителя яркости на парах бромида меди.

Зам. директора по развитию  
 Исследовательской школы химических и  
 биомедицинских технологий, д.х.н.

М.Е. Трусова