УДК 519.713:007.52

ПИРОМЕТРИЯ ПРОЦЕССОВ САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА

М.А. Гумиров

Алтайский государственный технический университет им И.И. Ползунова, г. Барнаул E-mail: qumirov71@mail.ru

Описан разработанный метод яркостной пирометрии, используемый для измерения температуры в процессах самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, плазмотермического напыления, как движущихся, так и неподвижных сред. Чувствительным элементом оптоэлектронного тракта прибора является МДП-фотодиоды, работающие в режиме прямого детектирования, либо накопления заряда. В двух микрообластях регистрируется изменение интенсивности светового сигнала, создаваемого поверхностью реагирующих веществ. Приводятся результаты исследования температуры, скорости распространения фронта горения от времени и количественного содержания карбида титана в шихте, а также твердость спеченных образцов системы Fe₂O₃, Al+TiC.

Эффективные комплексные методы контроля и регистрации теплофизических температурно-скоростных характеристик продолжают оставаться актуальными при физических исследованиях динамики развития и механизмов образования продуктов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Ускорение темпов развития номенклатуры изделий, выполненных на основе композиционных и интерметаллических соединений, диктует рост оснащенности технологическими средствами контроля исследовательских лабораторий и промышленных производств. Применение высокоинформативных средств диагностики дает исследователям возможность перевода в разряд управляемых, ранее неуправляемых или слабоуправляемых термохимических реакций СВС.

Открытый академиком А.Г. Мержановым самораспространяющийся высокотемпературный синтез характеризуется такой уникальной особенностью, как существование в течение короткого времени реакции высокотемпературной твердожидкой среды, допускающей различные типы воздействий (электрические, химические, термодинамические и т. д.) [1]. Кроме этих воздействий возможно использование в СВС-системах различных легирующих и инертных добавок, позволяющих как изменять режим синтеза, так и регулировать структуру и свойства конечного продукта [2]. Для исследования взаимосвязей этих воздействий на теплофизические процессы синтеза возможно применение регистраторов динамических оптических полей – пирометров, выполненных на дискретных и многоэлементных фотоприемниках, работающих в режиме прямого детектирования или в режиме накопления заряда. Главной особенностью таких устройств является бесконтактность и малая инерционность измерений, в отличие от контактных температурных датчиков, что способствует проведению тепловизионного контроля быстропротекаюших высокоэнергетических процессов с повышенной точностью. Исследования температурной динамики и процессов тепломассопереноса затруднены из-за неприменимости контактных методов измерения температуры в дисперсных слабоупакованных средах в пределах 50...70 % пористости, что характерно для образцов с насыпной плотностью. В оптической пирометрии слабосветящихся объектов (в данном случае смеси порошков или гетерофазной струи) измерения в области низких температур характеризуются недостаточной точностью.

Измерение яркостной температуры и скорости синтеза продукта в зоне горения высокоэнергетических смесей связано с рядом проблем. Реакционная ячейка имеет малый размер (100...500 мкм), ее появление в поле зрения пирометра носит вероятностный характер. Очень часто синтез необходимо проводить в форме конечного изделия, при этом стенки реактора не всегда возможно выполнить из оптически прозрачного материала. Методы оптической пирометрии позволяют определять теплофизические параметры на поверхности синтезируемого изделия [3] и не способны без принятия дополнительных мер обеспечить исследователя информацией о структуре горения в глубинных слоях продукта. Однако указанные недостатки пирометрических методов не являются непреодолимыми и в лабораторных условиях с достаточной долей вероятности легко могут быть преодолены, что позволит получать достоверную информацию о процессе синтеза [3, 4].

Целью работы явилось создание метода и регистрирующей аппаратуры по диагностике тепловых параметров высокоэнергетических смесей на основе окалины стали с легирующими добавками, а также получение зависимости скорости горения таких смесей от различных добавок.

Для регистрации температуры фронта горения нами был разработан быстродействующий измеритель скорости и температуры. Этот прибор позволяет проводить измерения времяпролетным методом интегральных и локальных скоростей, оценивать интегральное температурное распределение в двух точках, измерять температуру фронта горения с коррекцией на коэффициент перекрытия, определять среднюю скорость распространения волны горения CBC смеси дисперсных материалов, а также измерять температурную динамику реакции высокоэнергетических смесей.

Пирометр, изображенный на рис. 1, построен на основе оптической фотодиодной камеры, которая содержит: оптическую систему, служащую для юстировки оптических каналов, телескопическую приставку ПЗФ-1, на которой установлен телевизионный объектив, лоток для установки сменных светофильтров (КС-18, КС-19, ИКС-3 и т. д.). В качестве фотоприемников используются два кремниевых фотодиода ФД-256А, на которые наложены апертурные диафрагмы, задающие поле зрения фотоприемников до 100 мкм на поверхности объекта. Оптическая головка содержит также два преобразователя «ток-напряжение», два логарифмических усилителя первого порядка, линеаризующих выходной сигнал, усилители мощности, согласующие выходные цепи ФД-камеры с 50-омными входами аналого-цифрового преобразователя, выполненного на основе встраиваемой в ПЭВМ платы сбора данных (модель: ЛА-n20-PCI, производитель: ЗАО «Центр АЦП ЗАО «Руднев-Шиляев»»); систему балансировки каналов по постоянному току и схемы компенсации темновых токов фотодиодов.



Рис. 1. Пирометрический комплекс

Блок аналого-цифровой обработки и синхронизации, реализующий функции аналого-цифрового преобразования, расчета коэффициента перекрытия, нормировки сигналов, выработки синхросигналов для внутренних узлов и внешних устройств, осуществляет хранение полученной информации, а также ее передачу через внутренний интерфейс (шина PCI) в управляющую ЭВМ. Температурная калибровка пирометра осуществлялась по стандартной методике с использованием температурной лампы TPУ-1100. На рис. 2 представлены график зависимости яркостной и термодинамической температуры эталона от тока (I), протекающего через него, и график преобразования градаций АЦП (N_{adc}) в температуру.

Ток в цепи фотодиода пропорционален напряжению $U_{\phi\phi}$ на фотодиоде. Согласно [4, 5] напряжение на фотодиоде в режиме накопления можно представить как:

$$\frac{U_{\phi\phi}}{U_0} = \left[1 - A_0^{t_n} P_\lambda(t) dt + \frac{A^2}{2} \left(\int_0^{t_n} P_\lambda(t) dt\right)^2\right], \qquad (1)$$

где
$$A = \frac{e \cdot S_{\phi \partial} \cdot \eta}{2hv C_0 U_0}$$
, e – заряд электрона; $S_{\phi \partial}$ – пло-

щадь фотоприемника и η – его квантовый выход; C_0 – начальная емкость фотодиода; U_0 – напряжение источника обратного смещения; $P_1(t)$ – плотность светового потока на длине волны λ , t_n – время накопления заряда фотодиодом.



Рис. 2. Яркостная и термодинамическая температуры эталонной лампы ТРУ1100 (а), калибровочная функция пирометра (б)

Пороги выбираем в линейной области разряда, когда квадратичным членом в (1) можно пренебречь. Выразим интеграл в выражении (1) как:

$$\int_{0}^{t_{n}} P_{\lambda}(t) dt = \frac{1}{A} \left(1 - \frac{U_{\phi \partial}}{U_{0}} \right)$$

В первом приближении считаем поток $P_{\lambda}(t)$ постоянным в течение времени накопления t_{μ} , тогда $P_{\lambda}(t)$ может быть вычислена как:

$$P_{\lambda} = \frac{f(U_{\phi\partial}, U_0)}{t_{\mu}}$$

Определяя время разряда фотодиода от начального значения U_0 до фиксированного значения $U_{\phi\phi}$, что соответствует изменению тока в цепи фотодиода с I_0 до I_{dd} , имеем возможность измерять плотность светового потока на фиксированной длине волны. Ток I_{dd} задается изначально — фиксированный заранее выбранный порог, ток I_0 — определяется выходными параметрами фотодиода, количеством подключенных каналов и напряжением обратного смещения U_0 ; следовательно, величина $f(U_{dd}, U_0) = F = \text{const.}$

С другой стороны, поток пропорционален площади излучающей поверхности и зависит от ее температуры и излучательных характеристик. В приближении Вина запишем:

$$\Phi \sim S_0 P_{\lambda} \sim S_0 \varepsilon_{\lambda} c_1 \lambda_i^{-5} \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda_i \cdot T}\right),$$

где: S_0 — площадь наблюдаемой поверхности, T — температура поверхности, c_1 , c_2 — постоянные. Отношение потоков от одного объекта на двух различных длинах волн не зависит от визируемой площади:

$$\frac{P_{\lambda 1}}{P_{\lambda 2}} = \frac{\varepsilon_{\lambda 1}}{\varepsilon_{\lambda 2}} \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2}\right)^{-5} \exp\left(\frac{c_2}{\lambda_2 T} - \frac{c_2}{\lambda_1 T}\right) = \frac{F_1 t_{n2}}{F_2 t_{n1}}.$$

Преобразуя это выражение, получим соотношение для определения температуры:

$$T = \frac{C}{\ln \frac{t_{n2}}{t_{n1}} + B},$$
 (2)

где

$$C = c_2 \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1}\right), \quad B = \ln \frac{F_1}{F_2} \cdot \frac{\varepsilon_{\lambda 2}}{\varepsilon_{\lambda 1}} \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2}\right)^5.$$

Таким образом, из выражения (2) видно, что температура обратно пропорциональна логарифму отношения времен накопления заряда на фотодиодах. Измеряя указанные времена на различных длинах волн, можно получить информацию о температуре объекта.

Относительная погрешность определения температуры данным методом:

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{T}{C} \sqrt{\left(\frac{\Delta t_{n1}}{t_{n1}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta t_{n2}}{t_{n2}}\right)^2 + (\Delta B)^2},$$

где

$$\Delta B = \sqrt{\left(\frac{1}{F_1}\Delta F_1\right)^2 + \left(\frac{1}{F_2}\Delta F_2\right)^2 + \left(\frac{1}{\varepsilon_{\lambda 1}}\Delta \varepsilon_{\lambda 1}\right)^2 + \left(\frac{1}{\varepsilon_{\lambda 2}}\Delta \varepsilon_{\lambda 2}\right)^2},$$

 ΔF_i — изменения параметров фотоприемников, вызванные температурной нестабильностью, флуктуациями опорного напряжения и пр.; $\Delta \varepsilon_{\lambda i}$ — погрешность определения излучательной способности наблюдаемой поверхности (например, вследствие окисления, загрязнения и др.)

Для проведения эксперимента исходная шихта (смесь Fe_2O_3 , Al и TiC) помещалась в стальную оснастку, имеющую прямоугольное отверстие для установки в нем держателей кварцевого стекла, че-

рез которое регистрируется яркостная температура поверхности шихты, либо исходную шихту помещают в кварцевый цилиндр. Процесс CBC инструментальной стали наблюдался в виде факела с разбрызгивающимися каплями расплава, одновременно с этим производилась запись и оцифровка данных о тепловой структуре процесса синтеза. Температурные профили горения в двух точках, расположенных на расстоянии 15 мм друг от друга по вертикали (каналы A и B), представлены на рис. 3.



Рис. 3. Типичные графики изменения температуры в волне горения CBC смеси Fe₂O₃, Al+TiC: a) 5 % TiC, б) 15 % TiC

Зажигание процесса СВС производится инициирующим тепловым импульсом от расположенного в верхней части небольшого количества диборида титана. Регистрация температурной динамики и теплового поля на поверхности шихты производится фотодиодной камерой пирометра или камерой пирометра-тепловизора. Оптическая камера и оснастка с шихтой устанавливаются на оптической скамье. Через оптическую систему пирометра производится фокусировка на поверхности шихты. Устанавливаются требуемое расстояние между камерой и оснасткой, диафрагма оптической системы камеры. Запускается программа регистрации в микропроцессорном блоке, вводится необходимая частота дискретизации, устанавливается светофильтр. После этого, производится инициация диборида титана.

В момент прохождения фронта горения через поле зрения пирометра первого канала (канал А) автоматически запускается программа оцифровки и записи в ОЗУ видеосигнала от процесса СВ-синтеза, затем по форме видеосигнала микропроцессорный блок вычисляет коэффициент перекрытия, производит нормировку числовых данных. После остывания спеченный образец, находящийся в оснастке, помещается в муфельную печь для рекалибровки показаний пирометра. Из полученных термограмм видно, что температура в процессе взаимодействия имеет явно нестационарный характер, периоды роста сменяются периодами стабилизации и даже снижения, т. к. реакционная ячейка в процессе синтеза проходит ряд превращений. Экзотермические участки сменяют участки с эндотермическим распадом.

Полученные образцы спеченного материала подверглись испытаниям на твердость. По результатам экспериментов и характеру расположения точек построены зависимости (рис. 4) твердости сплава и скорости распространения фронта горения от количественного содержания карбида титана в шихте.

С увеличением содержания карбида титана в шихте твердость сплава увеличивается, а скорость фронта горения уменьшается по нелинейному закону, причем изменение характера зависимостей происходит практически при одном и том же значении массы карбида титана в шихте (4...12 мас. % термита).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Мержанов А.Г. Твердопламенное горение. Черноголовка: ИСМАН, 2000. – 224 с.
- Итин В.И., Найбороденко Ю.С. Высокотемпературный синтез интерметаллических соединений. – Томск: Изд-во ТГУ, 1989. – 214 с.
- Пат. 2094787 РФ. МПК⁶ G01N 25/28, G01J 5/12. Способ измерения температуры фронта горения самораспространяющегося высокотемпературного синтеза смеси дисперсных материалов / П.Ю. Гуляев, М.А. Гумиров, В.В. Евстигнеев. Заявлено 01.07.1996; Опубл. 16.01.1998, Бюл. № 1. – 5 с.: ил.



Рис. 4. Твердость (а) и средняя скорость горения (б) системы Fe₂O₃, Al+TiC в зависимости от массовой доли карбида титана

- Гуляев П.Ю. Модели для определения набора реализуемых параметров преобразователей оптической информации и принципы выделения сигнала при разработке элементов систем управления на основе интегральных МДП-фотодиодных матриц: Дис. ... к.т.н. – Барнаул, 1983. – 253 с.
- Пат. 2099674 РФ. МПК⁶ G01J 5/25. Способ измерения яркостной температуры / В.М. Коротких, П.Ю. Гуляев, М.А. Гумиров, А.В. Еськов, В.В. Евстигнеев. Заявлено 20.12.1997; Опубл. 7.07.1999, Бюл. № 6. – 6 с.: ил.

Поступила 14.11.2006 г.