УДК 536.2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ПРОЗРАЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ МОДИФИЦИРОВАННЫМ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ВСПЫШКИ

© 2020 г. Ю. И. Головин^{1, 2,} *, А. И. Тюрин¹, Д. Ю. Головин¹, А. А. Самодуров¹

 ¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина", Тамбов, Россия
²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова", Москва, Россия

> **E-mail: nano@tsutmb.ru* Поступила в редакцию 18.02.2020 г. После доработки 16.03.2020 г. Принята к публикации 27.03.2020 г.

Описан новый термографический экспресс-метод определения коэффициента температуропроводности прозрачных материалов и оптических компонентов, а также результаты его тестирования на стеклах и полимерных материалах. Алгоритм извлечения величины коэффициента температуропроводности из первичных данных исключает необходимость определения абсолютных температур и поглощенной энергии падающего потока излучения и обеспечивает случайную погрешность менее 2–3%.

DOI: 10.31857/S036767652007011X

введение

Кинетические теплофизические характеристики (ТФХ) прозрачных материалов (коэффициенты температуропроводности *a* и теплопроводности λ) определяют прочность и стойкость оптических элементов под воздействием интенсивных световых потоков [1, 2]. Для определения ТФХ материалов разработано множество различных методов и специальное оборудование. Методы можно разделить на два класса – стационарные и нестационарные [3–6].

Исторически более ранние стационарные методы до сих пор широко применяются на практике, однако они имеют ряд недостатков, обусловленных тем, что распределение тепловых потоков должно в достаточной степени приблизиться к планируемой асимптотике стационарного распределения температуры без значимых неконтролируемых утечек тепла из измерительной ячейки. Эти методы требуют изготовления образцов определенных размеров и формы из тестируемых материалов и большого времени для достижения стационарного режима в них, что сильно затрудняет соблюдение принятых в расчетной схеме граничных условий на свободных поверхностях исследуемого образца и увеличивает влияние различных дрейфов на точность измерений. Установки такого типа требуют специальных мер теплоизоляции и термостабилизации образца, нагревателя, холодильника и измерительного тракта, обеспечения малых тепловых сопротивлений между нагревателем, образцом, холодильником и датчиками температуры. Ввиду этих обстоятельств установки для реализации стационарных методов громоздки и имеют ограниченный диапазон измеряемой теплопроводности.

Нестационарные методы более разнообразны. Они используют различные временные зависимости интенсивности подводимого теплового потока – обычно это дельта-функция (импульс Дирака), ступенчатое или периодическое возбуждение [3–6]. В негармонических нестационарных подходах в настоящее время наиболее часто используют метод лазерной вспышки (МЛВ), предложенный еще в 1961 г. У. Паркером с соавторами [7], а также созданные впоследствии родственные методы активной динамической термографии [8–10].

Классический метод лазерной вспышки реализуют с помощью самостоятельно разработанного или коммерчески доступного лабораторного оборудования (см., например, [11, 12]), работающего в соответствии с международными стандартами [13, 14]. Стандартизованный МЛВ и соответствующий инструментарий имеют ряд несомненных достоинств – высокая точность и хорошая воспроизводимость результатов измерений, малая продолжительность тестирования (~1 с), возможность контроля состава газовой среды и температуры в интервале от -120 до 2800°С и др. Однако МЛВ обладает и рядом серьезных недостатков. Для исследования необходимо использовать только специально подготовленные образцы определенной формы (обычно это диск диаметром 12-25 мм и толщиной 1-3 мм). МЛВ требует дорогого оборудования и доступа с двух сторон к исследуемому образцу. В совокупности это не позволяет работать на массивных или не подготовленных специально образцах, а также готовых изделиях, находящихся в процессе эксплуатации или имеющих доступ только с одной стороны. Измерение ТФХ прозрачных материалов методами динамической термографии и МЛВ требует дополнительных мер по исключению влияния оптических свойств на тепловые характеристики [15]. Обычно это достигается равномерным зачернением или металлизацией лицевой поверхности образца, нагреваемой лазерным излучением.

Цель настоящей работы — разработка не нуждающегося в пробоподготовке универсального экспрессного способа определения коэффициента температуропроводности (КТП) *а* различных прозрачных материалов (полимеров и стекол) и изделий из них с помощью определенным образом организованного эксперимента, а также оригинальных алгоритмов и программного обеспечения.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

В основе предлагаемого подхода лежит термография нестационарного температурного поля, индуцируемого источником локального нагрева. Регистрируемое тепловизионной камерой ИК изображение обрабатывали с помощью оригинальных алгоритмов и программного обеспечения. Тепловизоры успешно используют в различных приложениях [3-6, 8-10]. Они предоставляют ряд преимуществ при регистрации эволюции распределения температуры в изучаемом образце. В отличие от локальных датчиков температуры (термопар, термисторов и др.) при таком способе регистрации кроме очевидного достоинства способности получать информацию бесконтактно и одновременно в большом количестве точек, существенно улучшается точность пространственной локализации получаемых данных и исключаются проблемы, связанные с тепловой инерцией датчика и привнесенными им добавочными теплоемкостью, теплоотводом и тепловым сопротивлением на его границе.

Вместе с тем, важно отметить, что в случае использования лазера в качестве источника энергии и тепловизора в качестве регистратора, точное измерение абсолютных температур объекта и тепловых потоков через него весьма затруднительно (из-за плохо известных оптических коэффициентов поглощения, отражения и испускания разнообразных контролируемых поверхностей и их вариаций от точки к точке). Однако предлагаемый подход и не нуждается в знании абсолютных температур (как, впрочем, и классический МЛВ), поскольку природа теплофизической характеристики "коэффициент температуропроводности" определяется лишь соотношением характерных размеров r и времени t при распространении теплового

фронта от источника нагрева, что видно из физического смысла величины КТП a, ее размерности $[M^2/c]$ и определения безразмерного критерия подобия Фурье Fo = at/r^2 . Важно лишь, чтобы коэффициент, связывающий абсолютную температуру с откликом измерительной системы, был постоянным для всей области наблюдения (из подобных соображений исходят и в классическом МЛВ, где при известной толщине образца измеряемой величиной является время достижения половины максимального значения температуры тыльной стороны образца, а не сама температура).

Предлагаемый подход основан на ступенчатом точечном нагреве участка поверхности образца лучом лазера, сфокусированным в пятно с гауссовым радиусом $r_0 = 0.1-0.3$ мм, и одновременной регистрации формирующегося в результате такого нагрева динамического температурного поля на поверхности образца с помощью тепловизора (рис. 1). Последующая компьютерная обработка радиально симметричной картины изотерм по разработанным моделям и алгоритмам позволяет определять величину *а*.

Верификация описанного подхода определения *а* проведена на ряде материалов (полиметилметакрилат, ПММА; поликарбонат; оптические бесцветные стекла ТК8 и Ф13), значительно отличающихся как теплофизическими, так и оптическими свойствами. Все образцы имели вид массивных деталей диаметром >30 мм и высотой >25 мм.

В описанных ниже экспериментах точечный нагрев осуществляли ступенчатым импульсом сфокусированного лазерного пучка с одновременной регистрацией эволюции латеральной тепловой волны на поверхности образца с помощью тепловизора подобно [10]. Однако лазер создавал не короткую вспышку, как в классическом лазер-флэш методе и в его латеральных модификациях [10, 16–18], а работал непрерывно в течение всего процесса измерения, как в [19–23].

Это позволяло значительно уменьшить локальный перегрев в центре пятна нагрева, одновременно увеличив температуру во всей инспектируемой области, а также снизить требования к мощности лазера. Для увеличения поглощения энергии в пятне нагрева в ряде случаев на поверхность образца с помощью термопасты крепили непрозрачную мишень (диск из свинца диаметром 0.5 мм и толщиной 0.2 мм) или с помощью более мощного сфокусированного лазерного пучка создавали карбонизированную область диаметром 0.3–0.5 мм (для пластиков).

В качестве нагревателя был использован твердотельный лазер с диодной накачкой (лазерный модуль LSR445CP-FC-10W), регулируемой мощностью 1–10 Вт и длиной волны 445 нм. Цифровое ИК-изображение наружной поверхности получали с помощью тепловизора FLIR A35sc с наибольшей чувствительностью в диапазоне длин волн



Рис. 1. Термограмма для стекла Ф13. Изотермы показаны в виде колец 2 ± 0.25 ; 10 ± 1 ; 25 ± 1 ; >50 К. На врезке показана схема эксперимента и картина изотерм вблизи места нагрева. Обозначения: *1* – тепловизор, *2* – мишень, *3* – образец, *4* – лазер, *r* – расстояние от центра пятна нагрева, φ – угол усреднения.

7.5–13 мкм (матрица болометров на оксиде ванадия VO_x 320 × 256 пикселей); угловым разрешением 2.78 мрад; порогом чувствительности ~0.05°С в диапазоне температур от -20 до 550°С; частотой выводимых и сохраняемых кадров 60 Гц. Получаемые кадры фильма (рис. 1) преобразовывали в двумерные карты распределения температуры. Для уменьшения влияния неоднородности оптических свойств поверхности образца из каждой такой карты попиксельно вычитали карту на-



Рис. 2. Экспериментальные зависимости радиального распределения температуры перегрева *T* для ПММА и стекла Φ 13 в разные моменты времени *t* от начала нагрева. Обозначения: *r* – расстояние от центра пятна нагрева, *1* – мишень (вертикальные пунктирные линии – границы мишени).

чального состояния до начала нагрева и в дальнейшем для обработки использовали величину $T = T_h - T_0$, где T_h – текущая температура в точке, T_0 – начальная температура (до включения нагрева). Затем определяли положение центра симметрии изотерм и при фиксированных расстояниях *r* от него производили усреднение величины *T* по углу φ (рис. 1) по нескольким десяткам пикселей, что сильно снижало шумы и помехи при измерениях. Как правило, для определения *a* принимали $\varphi =$ = 360°. На рис. 2 показаны полученные описанным методом распределения *T*(*r*, *t*) в макрооднородных бездефектных образцах ПММА и стекле Ф13.

ТЕПЛОВАЯ МОДЕЛЬ И ОБРАБОТКА ПЕРВИЧНЫХ ДАННЫХ

Из соображений симметрии ясно, что точечный нагрев поверхности массивного однородного изотропного тела должен вызывать радиально-симметричное распространение сферического теплового фронта в полупространство исследуемого материала. Для ряда граничных условий известны точные решения уравнения Фурье. Так, в случае, когда тепловыделение происходит внутри полусферы радиусом R с заданным потоком тепла Q на ее границе, в адиабатическом приближении решение имеет вид [24]

$$T(r,t) = (Q/2\pi\lambda r)[\operatorname{erfc}((r-R)/2(at)^{1/2}) - \exp[(r-R)/R - at/R^{2}]\operatorname{erfc}[(r-R)/2(at)^{1/2} + (1) + (at)^{1/2}/R]],$$

1/2>

где erfc(x) = $\frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{x}^{\infty} e^{-y} dy$ – дополнительная функция ошибок, $\tilde{\lambda}$ – теплопроводность материала. Здесь полагают, что ТФХ не зависят от температуры и пренебрегают утечками тепла с поверхности тела вследствие конвекции и излучения. Точные решения типа (1) сложны для практического применения, поскольку они зависят от неизвестного в реальном эксперименте распределения подволимой энергии в пятне нагрева, а. следовательно, и от оптических свойств поверхности (коэффициентов поглощения, отражения, испускания, рассеяния). Однако точное решение можно с достаточной для практики точностью заменить приближенным, если выполнить некоторые условия: длительность τ процедуры измерения должна быть на порядок величины больше характерного времени $\tau_F = (r_0)^2/a$ для данного типа материала, а тепловой фронт должен успеть распространиться на расстояние $r > (3-5)r_0$, где r_0 – гауссов радиус пятна нагрева. При соблюдении условия $\tau \gg \tau_F$ конкретный вид радиального распределения энергии в падающем пучке становится несущественным уже на расстоянии от центра $r > (2-3)r_0$, а распределение температуры в однородном полупространстве можно считать сферически симметричным вплоть до времен, лимитируемых выходом теплового фронта на границы образца или изделия. Тогда для $r \ge r_0$, и времен наблюдения $t \gg t^* = r_0^2 / a$, зависимость температуры локального нагрева T(r, t) может быть аппроксимирована с точностью порядка 1% выражением (2), которое представляет собой модифицированный первый член выражения (1):

$$T(r,t) = Br^{-1} \operatorname{erfc}[(r-b)/2(at)^{1/2}], \qquad (2)$$

где *B* и *b* – некоторые константы, зависящие от подводимой энергии и λ . В координатах (r - b) $t^{-1/2}$, *Tr*), аппроксимирующая функция имеет вид y = Berfc(Ax), что позволяет использовать табличные значения функции ошибок, подбирая лишь масштабные коэффициенты *A* и *B* по осям *x* и *y* (рис. 3). Как следует из (2), найденное таким образом оптимальное значение параметра $A = 0.5a^{-1/2}$, определяет величину $a = (4A^2)^{-1}$.

На рис. 4*a* приведены данные об индивидуальных значениях *a* в функции времени *t*, прошедшего от момента начала нагрева для нескольких тестов в каждом материале. Из этих данных следует, что в отличие от [10] предложенный подход и модель дают очень близкие значения *a* на большом интервале *t*, что позволяет в каждом тесте набирать большой статистический объем данных и многократно уменьшать погрешность измерения, вызванную различными случайными факторами, путем их усреднения. Некоторые различия в величине *a*, получаемые в разных тестах на одном материале при смещении области нагрева, могут быть обусловлены неоднородностью ТФХ в этом



Рис. 3. Экспериментальные зависимости температуры *T* от времени *t* и радиуса *r* в координатах $Tr = = f[(r - b)t^{-1/2}]$ (показаны точками) и результат расчета в рамках разработанной модели (показан пунктирной линией) для ПММА и стекла Ф13.

материале (наибольший эффект такого рода наблюдался в стекле Ф13, наименьший – в ПММА).

Из табл. 1 следует, что значения *a*, определенные предложенным нестационарным экспрессметодом, совпадают с табличными значениями *a** [25, 26] (в отсутствие прямых табличных данных по *a** ее величина вычислялась по формуле $a^* = \lambda/c_p \rho$, где соответствующие значения λ , плотности ρ и удельной теплоемкости c_p брали из таблиц).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как видно из рис. 4 и табл. 1, случайные погрешности измерений а предложенным методом не превышают 2-3%. Систематические погрешности оцениваются величиной такого же уровня. Последние обусловлены рядом причин, основными из которых являются погрешности масштабирования изображения и аберрации в оптике тепловизора, неадиабатичность нагрева, нарастающая по мере роста продолжительности эксперимента, зависимость ТФХ исследованных материалов от температуры (особенно – пластиков). Борьба с ними является задачей следующего этапа совершенствования методики измерений. Однако и без этих коррекций модель сферического теплового фронта успешно работает в достаточно широком диапазоне времен t и радиусов изотерм r. Снизу они ограничены необходимым временем и расстоянием от центра пятна нагрева, чтобы "забыть" о конкретных особенностях распределения энергии в нем. Ограничения сверху обусловлены падением сигнала и отношения сигнал/шум, а также ростом роли теплопотерь с нагретого участка поверхности.



Рис. 4. Временные зависимости: *a*) коэффициента температуропроводности *a* для ПММА – *1*, поликарбоната – *2*, стекла ТК8 – *3* и стекла Φ 13 – *4* (кружочки – *P* = 1.2 Вт; треугольники – 1.6 Вт; квадратики – 2.5 Вт). Точками показаны экспериментальные данные, пунктирные линии – среднее значение величины *a*; *б*) отклонения величины *a* от среднего значения.

Подчеркнем еще раз, что метод не требует знания точного абсолютного значения температур поверхности и тепловых потоков, поскольку они не входят в расчетные алгоритмы и формулы для вычисления *а*. Достаточно лишь допущения оптической однородности поверхности, а именно, постоянства коэффициента испускания. Максимальный нагрев в области тестирования зависел от плотности потока в пятне нагрева, его радиуса и длительности процедуры измерения. Ни в каких опытах он не превышал нескольких десятков °C, а в области измерения — единиц °C, что позволяет считать метод неразрушающим и относить полученные значения *a* к температуре окружающей среды.

Материал	Измеренные и справочные значения <i>а</i>	Номер теста								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
ПММА	<i>а</i> , мм ² /с	0.1095	0.1103	0.1104	0.1094	0.1094	0.1102	0.1087	0.1096	0.1093
	δ <i>a</i> , мм ² /с	0.0005	0.0008	0.0010	0.0007	0.0007	0.0007	0.0005	0.0010	0.0010
	<i>a</i> ₉ , мм ² /с	0.1096 ± 0.0008								
	<i>а</i> *, мм ² /с	0.08-0.12								
Поликарбонат	<i>а</i> , мм ² /с	0.1304	0.1344	0.1335	0.1327	0.1359	0.1346	0.1346	0.1321	0.1334
	δ <i>a</i> , мм ² /с	0.0013	0.0006	0.0010	0.0006	0.0010	0.0020	0.0008	0.0011	0.0010
	<i>a</i> ₉ , мм ² /с	0.1335 ± 0.0010								
	<i>а</i> *, мм ² /с	0.07-0.17								
Стекло Ф13	<i>а</i> , мм ² /с	0.4107	0.4071	0.4132	0.4088	0.4171	0.4091	0.4120	0.4129	0.4117
	δ <i>a</i> , мм ² /с	0.0018	0.0028	0.0028	0.0035	0.0040	0.0031	0.0037	0.0018	0.0031
	<i>a</i> ₉ , мм ² /с	0.4114 ± 0.0030								
	<i>а</i> *, мм ² /с	0.41								
Стекло ТК8	<i>а</i> , мм ² /с	0.3706	0.3717	0.3743	0.3735	0.3733	0.3716	0.3758	0.3734	0.3742
	δ <i>a</i> , мм ² /с	0.0024	0.0038	0.0027	0.0028	0.0019	0.0035	0.0024	0.0025	0.0019
	$a_9, \overline{\mathrm{MM}^2/\mathrm{c}}$	0.3732 ± 0.0027								
	<i>а</i> *, мм ² /с	0.37								

Таблица 1. Полученные и справочные значения а для исследованных материалов

 a^* – табличные значения или полученные из соотношения $a^* = \lambda / \rho c_p$ на основании данных, взятых из [25, 26].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Сформулируем основные особенности и преимущества предложенного подхода, подтвержденные полученными результатами:

1. Способ характеризуется большим интервалом времени, в котором индивидуальные измерения a (в количестве многих тысяч) демонстрируют очень низкое рассеяние (<1%). Это — прямое следствие того, что каждое индивидуальное измерение производилось на основе покадрового учета радиального распределения температуры. Последнее извлекали путем обработки каждого отдельного кадра фильма с усреднением температур всех пикселей изображения, находящихся в узкой кольцевой области при заданном среднем радиусе. Такое двойное усреднение обеспечивало богатую статистику и, как следствие, высокую точность измерения a;

2. Малая продолжительность измерения τ ; для протестированных материалов с умеренными значениями величины $a \sim 1-15 \text{ мм}^2/\text{с}$ она составляла $\tau = 1-10 \text{ с}$;

3. Как следствие, малая продолжительность измерения т приводит к снижению погрешностей, связанных с конвективными утечками тепла, влиянием материала и конструктивных элементов, окружающих зону нагрева, а также другими случайными причинами;

4. Низкие требования к геометрии образца и пробоподготовке — минимально необходимый размер образца — 5—10 мм в любом направлении от точки нагрева, а также макроскопически плоская поверхность в этой области;

5. Слабое или почти полное отсутствие влияние оптических свойств поверхности на результаты измерений;

6. Хорошая воспроизводимость результатов со среднеквадратичным отклонением в единицы процентов, обусловленная малостью свободной поверхности, краткостью процедуры измерений и, как следствие, слабой зависимостью результатов от влияния окружающей среды и полным отсутствием таковой от объемов материала за пределами зоны измерения;

7. Возможность проведения измерений при одностороннем доступе к объекту тестирования.

Работа поддержана РНФ (проект № 15-19-00181 — проведение эксперимента и обработка данных), РФФИ (проект № 17-48-680817 — разработка аналитических и компьютерных моделей) и Минобрнауки РФ (проект № 16.2100.2017/4.6 изготовление и отладка оригинального пилотного прибора). Экспериментальные результаты были получены на оборудовании ЦКП ТГУ им. Г.Р. Державина.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Осико В.В.* Лазерные материалы. М.: Наука, 2002. 493 с.
- Попов П.А., Дукельский К.В., Миронов И.А. и др. // ДАН. 2007. Т. 412. № 2. С.185.
- 3. *Лыков А.В.* Методы определения теплопроводности и температуропроводности. М.: Энергия, 1973. 336 с.
- 4. Вавилов В.П. Инфракрасная термография и тепловой контроль. М.: Спектр, 2013. 542 с.
- Hammerschmidt U., Hameury J., Strnad R. et al. // Int. J. Thermophys. 2015. V. 36. P. 1530.
- 6. Yüksel N. // In: Insulation materials in context of sustainability. Ch. 6. London: InTech, 2016. P. 113.
- Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbot G.L. // J. Appl. Phys. 1961. V. 32. P. 1679.
- 8. Скворцов Л.А. Основы фототермической радиометрии и лазерной термографии. М.: Техносфера, 2017. 220 с.
- 9. *Okamoto Y., Watanabe S., Ogata K. et al.* // Jap. J. Appl. Phys. 2017. V. 56. Art. № 056601.
- 10. *Kruczek T., Adamczyk W.P., Bialecki R.A.* // Int. J. Thermophys. 2013. V. 34. P. 467.
- 11. www.netzsch.com.
- 12. www.tainstruments.com/wp-content/uploads/BROCH_ Light_Flash_2017.pdf
- 13. ISO 22007-4 (2017). Plastics. Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity. Part 4. Laser flash method.
- 14. ASTM E1461-13. Standard test method for thermal diffusivity by the flash method.
- 15. Salazar A., Mendioroz A., Apiñaniz E. et al. // Meas. Sci. Technol. 2014. V. 25. № 3. Art. № 035604.
- Dong H., Zheng B., Chen F. // Infrared Phys. Technol. 2015. V. 73. P. 130.
- Genna S., Ucciardello N. // Opt. Laser Technol. 2019. V. 113. P. 338.
- Bedoya A., González J., Rodríguez J. et al. // Measurement. 2019. V. 134. P. 519.
- Golovin Yu.I., Turin A.I., Golovin D.Yu., Samodurov A.A. // Inorg. Materials. 2019. V. 55. № 15. P. 7.
- Головин Ю.И., Тюрин А.И., Головин Д.Ю., Самодуров А.А. // Завод. лаб. Диагн. матер. 2018. Т. 84. № 6. С. 23.
- Головин Д.Ю., Тюрин А.И., Самодуров А.А. и др. // Изв. вузов. Физ. 2019. № 6. С. 159.
- 22. *Golovin D.Y., Divin A.G., Samodurov A.A. et al.* // In: Contemporary issues in non-destructive testing and evaluation. London: In Tech, 2019. P. 1.
- Palumbo D., Cavallo P., Galietti U. // NDT E Int. 2019. V. 102. P. 254.
- Carslaw H.C., Jaeger J.C. Conduction of heat in solids. Oxford: Oxford Univ. Press, 1959. 510 p.
- 25. ГОСТ 13659-78. Стекло оптическое бесцветное. Физико-химические характеристики. Основные параметры.
- 26. *Новиченок Л.Н., Шульман Э.П.* Теплофизические свойства полимеров. Минск: Наука и техника, 1971. 120 с.