УДК 621.762.55 DOI: 10.18822/byusu20230195-103

ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА СВОЙСТВ СВС-МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ ХРОНО-ТОПОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ТЕПЛОВИЗИОННЫХ ДАННЫХ

Долматов Алексей Викторович

кандидат технических наук, доцент, Инженерная школа цифровых технологий, Югорский государственный университет Ханты-Мансийск, Россия E-mail: adolmatov@bk.ru

Гуляев Павел Юрьевич

доктор технических наук, профессор Политехническая школа, Югорский государственный университет Ханты-Мансийск, Россия E-mail: Gulyaev1954@mail.ru

Предмет исследования: статья посвящена разработке методики экспресс-диагностики свойств материалов на основе измерения макрокинетических параметров процесса CBC.

Цель исследования: построение зависимости микротвердости CBC-изделий от скорости распространения волны CBC и ее температуры.

Методы и объекты исследования: объектами исследования являлись процесс CBC в системе Ni-Al и продукты реакции; для измерения скорости распространения волны высокотемпературного синтеза использован оригинальный метод хроно-топографического анализа тепловизионных данных, контроль температуры осуществлялся оригинальным методом спектрально-яркостной пирометрии, а изучение микротвердости экспериментальных образцов выполнено с помощью микротвердомера FM-800.

Основные результаты исследования: в ходе экспериментальных исследований показано, что погрешность определения скорости распространения волны CBC методом хронотопографического анализа тепловизионных данных составляет 0.1 %, а погрешность измерения температуры методом спектрально-яркостной пирометрии оценена значением 0.5 %. Сделан вывод, что основным фактором, влияющим в эксперименте на общую погрешность скорости распространения волны CBC, является неточность задания параметров шихты у набора образцов. Абсолютная величина общей погрешности составила 3.2 %. Построена диагностическая траектория, позволяющая на основе скорости распространения и температуры реакции CBC оценить микротвердость продукта и сделать вывод о качестве подготовки шихты для производства материала с заданными свойствами.

Ключевые слова: самораспространяющийся, высокотемпературный синтез, CBC, волна, скорость, температура, тепловизионный, комплекс, оптические измерения, экспресс-контроль.

EXPRESS-DIAGNOSTICS OF THE PROPERTIES OF SHS MATERIALS USING CHRONO-TOPOGRAPHIC ANALYSIS OF THERMAL VISION DATA

Alexey V. Dolmatov

Candidate of Technical Sciences, Associate Professor Department of Information Technology, Yugra State University Khanty-Mansiysk, Russia E-mail: adolmatov@bk.ru

Pavel Yu. Gulyaev

Doctor of Technical Sciences, Professor Polytechnic School, Yugra State University Khanty-Mansiysk, Russia E-mail: Gulyaev1954@mail.ru

Subject of research: the article is devoted to the development of a methodology for express diagnostics of material properties based on the measurement of macrokinetic parameters of the SHS process.

Purpose of research: plotting the dependence of the microhardness of SHS products on the propagation velocity of the SHS wave and its temperature.

Methods and objects of research: the research objects were the SHS process in the Ni-Al system and the reaction products; To measure the propagation velocity of a high-temperature synthesis wave, an original method of chrono-topographic analysis of thermal imaging data was used; temperature control was carried out by an original method of spectral-brightness pyrometry. The study of the microhardness of experimental samples was carried out using an FM-800 microhardness tester.

Main results of research: in the course of experimental studies, it was shown that the error in determining the propagation velocity of the SHS wave by the method of chrono-topographic analysis of thermal imaging data is 0.1 %, and the error in temperature measurement by the method of spectral-brightness pyrometry is estimated at 0.5 %. It is concluded that the main factor influencing the total error in the SHS wave propagation velocity in the experiment is the inaccuracy of setting the charge parameters for a set of samples. The absolute value of the total error was 3.2 %. A diagnostic trajectory has been constructed that makes it possible, based on the SHS propagation rate and reaction temperature, to evaluate the microhardness of the product and draw a conclusion about the quality of charge preparation for the production of a material with desired properties.

Keywords: SHS, Embedded, Mechatronics, Tracking, Spectrometer, Thermal imaging, Artificial intelligence, System.

Введение

Метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (CBC) позволяет создавать функциональные материалы и готовые изделия в результате сгорания порошковых смесей [1, 2]. Эволюция дискретной среды в ходе высокотемпературного физико-химического процесса описывается рядом структурных показателей тепловой волны реакции [3, 4]. Важнейшими из них является скорость распространения процесса и температура синтеза. Они позволяют сравнивать теплоперенос в различных системах, устанавливать связь между макрокинетикой стационарного горения и свойствами конечного продукта [5–7]. Подобную связь можно использовать для создания технологии экспресс-диагностики свойств СВС-материалов и коррекции начальных условий синтеза с целью получения материалов с заданными характеристиками. Состояние исходных порошков перед CBC и качество подготовки шихты значительно влияют на свойства конечного продукта. Сжигание контрольного образца перед производством основного изделия и диагностика свойств синтезируемого материала способны снизить риск брака и улучшить экономику производства CBC-изделий.

Цель настоящей работы заключалась в построении взаимосвязи типа «макрокинетический параметр CBC – свойство конечного продукта» для экспресс-диагностики качества шихты и оценки риска производства CBC-материалов.

Результаты и обсуждение

Чувствительность метода экспресс-диагностики CBC-материалов, основанного на измерении макрокинетики реакции, существенно зависит от погрешности средств контроля скорости распространения фронта горения и температуры синтеза. Для экспериментального исследования использовался оригинальный микротепловизионный комплекс, включающий микроскоп MEC-10, полосовой светофильтр SL-725-40 ($\lambda = 725$ нм), скоростную камеру ВидеоСпринт и спектрометр LR1-T (рис. 1) [8, 9]. КМОП-сенсор камеры имел размерность 1280х1024 фотоэлемента. Полосовой светофильтр в оптическом тракте камеры превратил каждый фотоэлемент размером 12х12 мкм в отдельный канал яркостной пирометрии, а совмещение области зрения камеры и спектрометра на базе стереомикроскопа, позволило применить метод спектрально-яркостной пирометрии (СЯП) и добиться погрешности измерения температуры реакции высокотемпературного синтеза на уровне 0.5 % [10–12].



Рисунок 1 – Экспериментальный комплекс

Для измерения скорости распространения фронта реакции СВС применялся оригинальный метод обработки результатов скоростной микротепловизионной съемки. Он позволил выявить данные о положении фронта горения на отдельных кадрах, объединить их в виде хроно-топографической карты, и измерить скорость фронта с погрешностью 0.1 %. Обозначенный авторами метод хроно-топографического анализа (XTA) тепловизионных данных опирается на закономерности процесса CBC – его стационарность и высокую скорость нарастания температуры во фронте реакции (до 1000 К/мс) [13]. Стационарность явления CBC позволяет для визуализации положения его фронта выбрать пороговое значение температуры из достаточно широкого диапазона, т. к. разные значения температурного порога соответствуют различным стадиям развития процесса в локальных областях и практически не влияют на оценку скорости распространения волны CBC. Для построения хронотопографической карты наблюдаемого явления введены следующие обозначения. Пусть начало координат находится в левом верхнем углу фотодатчика (рис. 2).



Рисунок 2 – Этапы построения хроно-топографической карты (а – микротепловизионные данные; б – логический видеоряд)

Координата по оси Y отражает положение центра фотоэлементов в столбце датчика, а координата по оси X – в его строке. Обозначим единичным вектором \bar{l} направление наблюдения за положением фронта, а единичным вектором \bar{n} направление перемещения фронта. Будем считать, что направления оси Y и вектора \bar{l} совпадают. Произведем бинаризацию данных микротепловизионной съемки так, чтобы любой элемент изображения менял свое состояние во времени с "черного" на "белый" только один раз, когда температура соответствующей области объекта в первый раз превысит температурный порог (рис. 3).



Рисунок 3 – Идентификация фронта волны СВС по температурному порогу

Фронтом реакции в фиксированный момент времени будем считать совокупность «белых» элементов с максимальной Y-координатой в столбцах бинарного изображения. Совокупность положений фронта в разные моменты времени даст хроно-топографическую карту процесса CBC. На рисунке 4 представлена хроно-топографичекая карта высокотемпературного синтеза NiAl.



Рисунок 4 – Хроно-топографическая карта CBC NiAl

Анализ хроно-топографической карты позволяет выявить следующие закономерности. Экспериментальные данные о положении фронта CBC y=f(t,x) очень хорошо моделируются плоскостью (рис. 4). По отношению к процессу CBC это означает, что равны оценки математического ожидания скорости фронта по разным моментам времени и по различным точкам пространства. Из данного факта следует, что процесс CB-синтеза можно считать не только стационарным, но и эргодичным. Изолиния y=const на аппроксимирующей плоскости является прямой, а угол между ее проекцией на плоскость t-X и осью X равен углу между векторами \overline{l} и \overline{n} (рис. 2, 4). Выявленные особенности процесса CBC устойчиво обнаруживались в микротепловизионных исследованиях системы Ni-Al при вариации стехиометрического состава, доли и дисперсности инертной добавки, плотности и начальной температуры шихты. По указанным причинам в основу метод XTA легла формула:

$$y_{fr} = a \cdot t + b \cdot x + c, \qquad (1)$$

где y_{fr} – положение фронта волны CBC на микротепловизионной съемке в направлении \bar{l} ; *a*, *b*, *c* – коэффициенты, определяемые с помощью численных методов. Скорость распространения фронта процесса CBC в направлении \bar{l} равна:

$$V_l = \frac{dy_{fr}}{dt} = a \,, \tag{2}$$

а скорость фронта в направлении \overline{n} :

$$V_n = V_l \cdot \cos \alpha \,, \tag{3}$$

где α – угол между векторами \overline{n} и l. Учитывая, что $b = tg \alpha$, окончательная формула скорости фронта процесса CBC через коэффициенты линейной модели примет вид:

$$V_n = a \cdot \cos(\operatorname{arctg}(b)) = \frac{a}{\sqrt{b^2 + 1}}.$$
(4)

В качестве оценки абсолютной погрешности для коэффициентов а и b принята ширина их доверительного интервала:

$$\Delta a = a_{\max} - a_{\min}; \ \Delta b = b_{\max} - b_{\min}, \tag{5}$$

где индексы min и max указывают соответственно на левую и правую границы доверительных интервалов. На основе (4) и (5) получены формулы для оценки погрешности измерения скорости фронта волны CBC методом XTA:

$$\Delta V_n^m = \sqrt{\frac{\Delta a^2}{b^2 + 1} + \frac{\left(a \cdot b \cdot \Delta b\right)^2}{\left(b^2 + 1\right)^3}},\tag{6}$$

$$\delta V_n^m = \frac{\Delta V_n}{V_n} \cdot 100\%, \qquad (7)$$

где ΔV_n^m – оценка абсолютной методической погрешности, δV_n^m – оценка относительной методической погрешности.

Зависимость «макрокинетический параметр CBC – свойство конечного продукта» строилась на базе экспериментальных исследований в системе Ni – Al. При подготовке шихты использовались: Ni – марка ПНК-УТЗ дисперсностью 5-10 мкм; Al – марка ПА-4 дисперсностью 25-30 мкм. В бинарной системе Ni-Al варьировалась массовая доля никеля от 57 до 87 % с шагом 1.5. Кажущаяся плотность образцов шихты была фиксирована на уровне 2.6 г/см³, а начальная температура составляла 25° С. Подготовка образца выполнялась в кварцевой трубке с внутренним диаметром 20 мм. Его уплотнение осуществлялось посредством вибрации и весового давления металлического цилиндра диаметром 19.6 мм массой 50 грамм. Масса экспериментальных образцов составляла 18 грамма, а их высота 22 мм. Готовый образец шихты в кварцевой трубке размещался в перед объективом микротепловизионного комплекса, которым осуществлялась регистрация процесса CBC с пространственным и временным разрешением 5.8 мкм и 2 мс соответственно. В результате обработки микротепловизионной съемки всех образцов получены зависимости скорости фронта и температура волны CBC от массовой доли никеля (рис. 5).



Рисунок 5 – Зависимости скорости (а) и температуры (б) реакции СВС от массовой доли Ni

Оценка методической погрешности измерения δV_n^m представлена на рисунке 6. Ее среднее значение равно 0.092 %.

Для оценки общей погрешности δV_n в эксперименте с набором образцов использована Гауссова модель зависимости скорости фронта волны СВС от доли инертной добавки (рис. 5-а) и вычислена ее невязка с результатами эксперимента (рис. 7). Средняя величина общей погрешности скорости фронта $\langle \delta V_n \rangle$ составила 3.210 %.



Рисунок 6 – Оценка методической погрешности метода ХТА



Рисунок 7 – Оценка погрешности скорости распространения волны CBC по выборке экспериментальных образцов

Общая погрешность скорости фронта волны СВС δV_n в эксперименте с набором образцов определяется методической погрешностью средств контроля δV_n^m и погрешностью δV_n^c , связанной с неточностью задания параметров шихты:

$$\delta V_n = \sqrt{\left(\delta V_n^m\right)^2 + \left(\delta V_n^c\right)^2} . \tag{8}$$

С помощью (8) определено, что $\langle \delta V_n^c \rangle$ равна 3.209 %. Соотношение $\langle \delta V_n^c \rangle / \langle \delta V_n^m \rangle \cong 35$.

Таким образом, при использовании подхода XTA общая погрешность скорости фронта волны CBC для набора образцов, фактически, определяется неточностью задания параметров шихты. Аналогичный вывод получен относительно погрешности определения температуры по набору экспериментальных образцов в случае ее измерения методом СЯП.

На завершающей стадии экспериментальных исследований был выполнен микродюрометрический анализ образцов, и получена зависимость средней микротвердости материалапродукта, определенная по 30 уколам индентора в произвольные области каждого образца, от массовой доли никеля (рис. 8).

С помощью сопоставления результатов тепловизионных и микродюрометрических исследований построена диагностическая зависимость, которая по параметрам процесса горения тестового образца позволяет определить свойство материала-продукта и сделать вывод о подготовленности шихты для производства большой партии изделий с заданными свойствами (рис. 9).



Рисунок 8 – Зависимость средней микротвердости экспериментальных образцов



Рисунок 9 – Диагностическая траектория микротвердости в эксперименте

При прочих равных условиях непопадание экспериментальной точки тестового образца на данную траекторию говорит об отклонение технологических параметров шихты от заданных и требует дополнительных процедур по ее подготовке.

Заключение и выводы

От ошибки задания параметров исходной шихты у набора образцов зависят погрешность скорости распространения и температуры волны СВС. Кроме того, к погрешностям скорости распространения и температуры волны горения выборки образцов добавляется инструментальная погрешность средств измерения этих макрокинетических параметров. В свою очередь, величина ошибки скорости распространения и температуры волны СВС влияет на погрешность определения свойства продукта с помощью диагностической зависимости типа «параметр – свойство». Если инструментальной погрешностью средств измерения можно пренебречь, то в цепочке «свойства шихты – макрокинетические параметры СВС – свойства продукта» остается только зависимость погрешности свойств конечного продукта от ошибки задания параметров шихты. Следовательно, выпадение экспериментальной точки f(V,T) тестового образца за пределы доверительной трубки диагностической траектории позволит сделать вывод об отклонении параметров исходной шихты от нормальных значений. В эксперименте показано, что инструментальная погрешность метода XTA равна 0.1 %. Эта величина значительно меньше ошибки задания параметров шихты в лабораторных условиях (~3.2 %). Его использование делает сечение доверительной трубки диагностической траекто-

рии значительно меньше, чем у метода фоторегистрограмм [1], что способствует большей чувствительности средства экспресс-диагностики.

Диагностические траектории можно построить относительно свойств исходных порошков и начальных условий синтеза. Тогда по семейству диагностических траекторий на основе результатов пирометрических исследований тестового образца можно попытаться компенсировать недостатки шихты коррекцией начальных условий синтеза.

Литература

1. Мержанов, А. Г. Твердопламенное горение / А. Г. Мержанов, А. С. Мукасьян. – М. : Торус Пресс, 2007. – Текст : непосредственный.

2. Левашов, Е. А. Физико-химические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза / Е.. Левшов, А. С. Рогачев, В. И. Юхвид, И. П. Боровинская. – М. : Бином, 1999. – Текст : непосредственный.

3. Varma, A. Combustion synthesis of advances materials: Principles and applications, in Advances in chemical engineering / A. Varma, A. S. Rogachev, A. S. Mukasyan, S. Hwang ; J. Wei (Ed.). – New York : Academic Press, 1998. – V.24. – P. 79–226.

4. Зенин, А. А. Исследование структуры тепловой волны в СВС процессах (на примере синтеза боридов) / А. А. Зенин, А. Г. Мержанов, Г. А. Нерсисян. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 1981. – Т. 16, № 1. – С. 79–90.

5. Рогачев, А. С. Горение для синтеза материалов: введение в структурную макрокинетику / А. С. Рогачев, А. С. Мукасьян. – М. : ФИЗМАТЛИТ, 2013. – 400 с. – Текст : непосредственный.

6. Рогачев, А. С. Экспериментальная проверка дискретных моделей горения микрогетерогенных составов, образующих конденсированные продукты сгорания (обзор) / А. С. Рогачев, А. С. Мукасьян. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 2015. – Т. 51, № 1. – С. 66–76.

7. Кочетов, Н. А. Зависимость скорости горения от размера образца в системе Ni + Al / H. А. Кочетов, Б. С. Сеплярский. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 2014. – Т. 50, № 4. – С. 29–35.

8. Долматов, А. В. Виртуальная тепловизионная система с микросекундным периодом регистрации / А. В. Долматов, А. О. Маковеев, К. А. Ермаков, В. В. Лавриков. – Текст : непосредственный // Ползуновский альманах. – 2012. – № 2. – С. 31–36.

9. Долматов, А. В. Комплекс автоматизированной калибровки тепловизионной системы на базе МАТLАВ / А. В. Долматов, К. А. Ермаков, В. В. Лавриков, А. О. Маковеев. – Текст : непосредственный // Вестник Югорского государственного университета. – 2012. – № 2 (25). – С. 59–63.

10. Гарколь, Д. А. Новая методика высокоскоростной яркостной пирометрии для исследования процессов СВС / Д. А. Гарколь, П. Ю. Гуляев, В. В. Евстигнеев, А, Б. Мухачев. – Текст : непосредственный // Физика горения и взрыва. – 1994. – Т. 30, № 1. – С. 72–77.

11. Anselmi-Tamburini, U. Use of two-color array pyrometry for characterization of combustion synthesis waves / U. Anselmi-Tamburini, F. Maglia, G. Spinolo, Z. A. Munir // J. of Materials Research. – 2000. – V. 15, № 2. – P. 572–580.

12. Gulyaev, I. P. Spectral-brightness pyrometry: radiometric measurements of non-uniform temperature distributions / I. P. Gulyaev, A. V. Dolmatov // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2018. – T. 116. – P. 1016–1025.

13. Dolmatov, A. V. Chrono-topographic analysis of the fire focus dynamics in the SHS wave / A. V. Dolmatov, P. Yu. Gulyaev, I. V. Milyukova // Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – P. 042024.