

На правах рукописи

ЧЕХ Алексей Сергеевич

**МЕТОД И АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА
НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ
ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ
В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ**

05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Тамбов 2004

Работа выполнена в Тамбовском государственном техническом университете на кафедрах "Гидравлика и теплотехника", "Конструирование радиоэлектронных и микропроцессорных систем".

Научные руководители: доктор технических наук, профессор
Муромцев Юрий Леонидович

кандидат технических наук, доцент
Майникова Нина Филипповна

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
Дмитриев Олег Сергеевич

кандидат технических наук, доцент
Ивановский Василий Андреевич

Ведущая организация ФГУП "ТамбовНИХИ"
(Научно-исследовательский химический институт, г. Тамбов).

Защита диссертации состоится «18» июня 2004 г. в 15³⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.260.01 Тамбовского государственного технического университета по адресу: г. Тамбов, ул. Советская, 106, ТГТУ, Большой зал.

Отзывы в 2-х экземплярах, скрепленные гербовой печатью, просим направлять по адресу: 392000, г. Тамбов, ул. Советская, 106, ТГТУ, ученому секретарю.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке университета.

Автореферат разослан «___» мая 2004 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



А.А. Чуриков

Подписано к печати 11.04.2004
Гарнитура Times New Roman. Формат 60 × 84/16. Бумага офсетная.
Печать офсетная. Объем: 0,93 усл. печ. л.; 1,0 уч.-изд. л.
Тираж 100 экз. С. 348

Издательско-полиграфический центр ТГТУ
392000, Тамбов, Советская, 106, к. 14

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Свойства полимеров задаются на уровне молекулярном, а реализуются – на уровне надмолекулярных структур. Гибкость молекул полимеров обеспечивает наличие ряда агрегатных и фазовых состояний, богатство морфологических структур кристаллических образований, различные физические и релаксационные состояния аморфного полимера. Разработка и применение гетеросополимеров и смесей полимеров, введение пластификаторов и наполнителей в полимерные материалы влияют на все типы состояний и переходов в готовых изделиях при эксплуатации. Практическое использование полимерных материалов, как материалов с разнообразными и необычными механическими и другими свойствами, невозможно без глубокого изучения суперпозиций состояний и переходов.

Применяющиеся для изучения и контроля состояния полимеров спектроскопические, рентгеновские, традиционные релаксационные методы, дифференциальный термический анализ, дифференциальная сканирующая калориметрия и другие методы требуют изготовления специальных образцов, длительного времени испытания, использования дорогостоящего оборудования. Поэтому создание нового неразрушающего оперативного метода, дающего возможность фиксировать температурно-временные характеристики структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе, является актуальной задачей.

Целью работы является разработка нового теплофизического метода, обеспечивающего оперативный неразрушающий контроль температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах.

Научная новизна. Разработан метод оперативного неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений (фазовых и релаксационных) в полимерах и композиционных материалах на их основе. Метод позволяет регистрировать и различать твердофазные полиморфные и релаксационные переходы при одной реализации эксперимента.

Практическая ценность. Созданы две методики контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах: первая – по аномальным изменениям теплофизических характеристик (ТФХ) в области структурных переходов; вторая – по ряду параметров, определяемых с экспериментальных термограмм без дополнительных калибровочных экспериментов.

Разработаны математическое и программное обеспечения измерительно-вычислительной системы (ИВС), реализующей предложенный метод.

Работоспособность ИВС и метода показаны:

- при исследованиях твердофазных полиморфных превращений в политетрафторэтилене (ПТФЭ) и коксонаполненном политетрафторэтилене (Ф4К20);
- при исследованиях фазовых и релаксационных переходов в полиамидах – поликапроамиде и Капролоне В.

Реализация научно-технических результатов. Теоретические и практические результаты диссертационной работы в виде разработанных ИВС и методик контроля структурных превращений в полимерах приняты к использованию ФГУП «Тамбовский завод "Октябрь"», ОАО "Научно-исследовательский институт химикатов для полимерных материалов" (НИИХИМПОЛИМЕР) и в учебном процессе ТГТУ.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на: III Российской национальной конференции по теплообмену (Москва, 2002 г.); VII Научной конференции ТГТУ (Тамбов, 2002 г.); XV Международной научной конференции "Математические методы в технике и технологиях" (Тамбов, 2002 г.); V и VI Международных научно-практических конференциях "Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения и информатики" (Москва, 2002, 2003 гг.); XIV Школе-семинаре "Проблемы газодинамики и тепломассообмена в энергетических установках" (Рыбинск, 2003 г.).

Публикации. Основные результаты диссертационной работы отражены в 18 печатных работах.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Основная часть диссертации изложена на 170 страницах машинописного текста и содержит 55 рисунков, 7 таблиц. Список литературы включает 216 наименований.

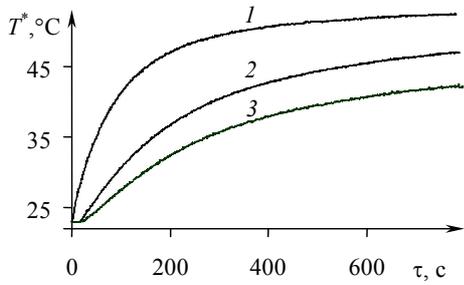


Рис. 2 Термограммы для ПТФЭ:
1 – в центре зонда:

регистрации температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

Приведенные в литературных источниках решения краевых задач теплопроводности стефановского

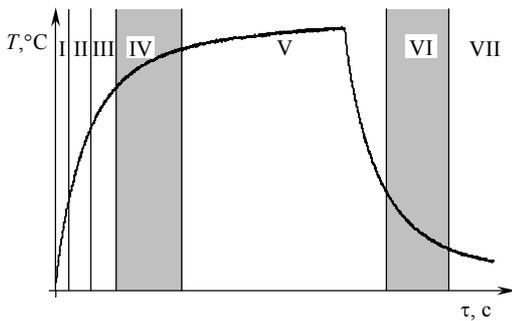


Рис. 3 Термограмма с выделенными рабочими участками

к модели сферического полупространства. В основе разработанного метода лежат следующие предположения.

1 На термограмме имеются участки (рабочие), для которых вне зоны структурного превращения обеспечивается высокая точность совпадения результатов вычислительных экспериментов по аналитическим моделям с экспериментальными данными. Рабочим участкам соответствуют тепловые режимы опыта, вышедшие на стадии регуляризации.

2 ТФХ исследуемого материала до и после структурного превращения различаются несущественно в температурном интервале, соответствующем рабочему участку термограммы.

3 Структурные превращения, сопровождающиеся тепловыми эффектами, проявляются на экспериментальных термограммах и могут быть выявлены в виде отклонений от аналитических моделей.

Измерительная схема метода НК представлена на рис. 1. Тепловое воздействие на исследуемое тело с равномерным начальным температурным распределением осуществляется с помощью нагревателя постоянной мощности, выполненного в виде тонкого диска радиусом R_n , встроенного в измерительный зонд (ИЗ). Начальное температурное распределение контролируется тремя термопарами – в центре нагревателя и на расстояниях L_1 и L_2 от центра.

На рис. 2 представлены термограммы, зафиксированные при нагреве изделия из ПТФЭ при следующих условиях: начальная температура опыта $T_n = 23$ °С; T^* – температура изделия ($T^* = T_n + T$); радиус нагревателя $R_n = 4$ мм; мощность нагревателя $W = 0,6$ Вт; материал подложки зонда – рипор; толщина подложки – 20 мм.

В общем случае на каждой термограмме, зафиксированной при нагреве и остывании, можно выделить несколько участков, соответствующих различным состояниям температурного поля исследуемой системы. Так, для термограммы, зафиксированной центральной термопарой, характерны семь участков (рис. 3).

Первому участку термограммы соответствует одномерное температурное поле в исследуемом теле (образце). Тепловые потоки, поступающие в образец (q_0) и зонд (q_3) (рис. 1, 4), изменяются во времени, так как между нагревателем и образцом имеется термическое сопротивление и нагреватель обладает инерционностью. Второму участку термограммы отвечает одномерное температурное поле в образце, но процесс проходит стадию регуляризации. Третьему участку термограммы соответствует двухмерное

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель работы, раскрыты научная новизна и практическая ценность, приведены результаты апробации работы, изложено краткое содержание диссертационной работы по главам.

В первой главе проведен сравнительный анализ методов и средств контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах. Отмечено, что среди существующих методов термического анализа не имеется неразрушающих методов для регистрации температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

Приведенные в литературных источниках решения краевых задач теплопроводности стефановского типа сложны для реализации в методах неразрушающего контроля (НК) структурных превращений. Указанные обстоятельства требуют поиска новых моделей и их аналитических решений, разработки алгоритмического и программного обеспечений, измерительных методик, пригодных к использованию при НК структурных превращений.

На основании проведенного анализа сформулированы основные задачи исследования.

Во второй главе дано теоретическое обоснование метода неразрушающего контроля структурных превращений в полимерах в соответствии с аналитическими закономерностями регулярных тепловых режимов и применительно к модели сферического полупространства.

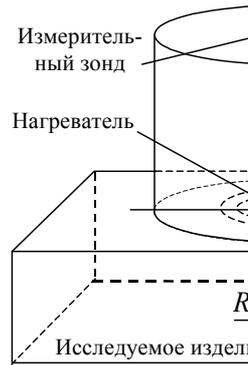


Рис. 1 Измерительная схема

температурное поле в образце, поскольку нельзя пренебречь распространением тепла в радиальном направлении. Четвертому участку термограммы соответствует тепловой процесс, вышедший на стадию регуляризации. В исследуемом образце формируется полусферическое одномерное температурное поле. На пятом участке термограммы нарушаются условия полуограниченности исследуемого тела. После отключения нагревателя, на стадии остывания, можно выделить шестой участок термограммы, тепловой процесс в котором проходит стадию регуляризации, и седьмой участок, где тепловой процесс изменяется.

Участки термограммы IV и VI – рабочие, так как возможно однозначно определить значения ТФХ в зависимости от параметров аналитических моделей, описывающих термограмму на данных температурно-временных интервалах, используя регулярные тепловые режимы на модели сферического полупространства.

В общем случае процесс распространения тепла в твердых телах с различными ТФХ (рис. 4) от плоского круглого нагревателя постоянной мощности с учетом тепловых эффектов возможных структурных превращений в одном из них описывается следующей системой дифференциальных уравнений с соответствующими начальными и граничными условиями:

$$\frac{\partial T_1(r, z, \tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left[r \frac{\partial T_1(r, z, \tau)}{\partial r} \right] + \frac{\partial^2 T_1(r, z, \tau)}{\partial z^2} \right) + \frac{F_n(r, z, \tau)}{c\rho}, (\tau > 0, z > 0, r \geq 0),$$

$$\frac{\partial T_2(r, z, \tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left[r \frac{\partial T_2(r, z, \tau)}{\partial r} \right] + \frac{\partial^2 T_2(r, z, \tau)}{\partial z^2} \right), (\tau > 0, z < 0, r \geq 0),$$

где a_1, a_2 – температуропроводности первого и второго тела; τ – время; r, z – пространственные координаты; F_n – количество поглощаемого или выделяемого тепла в единицу времени в единице объема тела при структурном переходе. Функция F_n зависит от величины теплового эффекта структурного превращения.

Определить распределения температурных полей в данной системе в любой момент времени с учетом теплового эффекта структурного превращения в исследуемом теле затруднительно вследствие нелинейности задачи.

Известно [1], что распределение температурного поля в исследуемом теле от плоского круглого источника тепла постоянной мощности радиуса R_n (рис. 1, 4) при $\tau \gg 0$ близко к распределению температурного поля в сферическом полупространстве со сферической полостью радиуса R , через которую осуществляется заданное тепловое воздействие с тем же тепловым потоком (рис. 5). Поэтому расчетное уравнение, описывающее термограмму на IV рабочем участке вне зоны структурного превращения, получено решением следующей краевой задачи.

Два полуограниченных тела (рис. 5) с различными ТФХ находятся в идеальном тепловом контакте с поверхностным сферическим источником тепла постоянной мощности радиуса R и плотностью теплового потока $q^* = q_1 + q_2$ при температуре $T(r, \theta, 0) = 0$. Вне сферы, в плоскости соприкосновения двух тел, существует тонкая идеальная теплоизоляция. Математически данная задача записывается следующим образом:

$$\frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r, \theta, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$

$$\left(r > R, 0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}, \tau > 0 \right); \quad (1)$$

$$\frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r, \theta, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$

$$\left(r > R, \frac{\pi}{2} < \theta \leq \pi, \tau > 0 \right); \quad (2)$$

$$T_1(r, \theta, 0) \Big|_{\substack{r \geq R \\ 0 \leq \theta \leq \frac{\pi}{2}}} = 0, \quad T_2(r, \theta, 0) \Big|_{\substack{r \geq R \\ \frac{\pi}{2} \leq \theta \leq \pi}} = 0;$$

$$T_1(\infty, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ 0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}}} = T_2(\infty, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ \frac{\pi}{2} < \theta \leq \pi}} = 0, \quad T_1(R, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ 0 \leq \theta \leq \frac{\pi}{2}}} = T_2(R, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ \frac{\pi}{2} \leq \theta \leq \pi}},$$

(3)

$$\left. \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta = \frac{\pi}{2} - 0 \\ r > R \\ \tau > 0}} = \left. \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta = \frac{\pi}{2} + 0 \\ r > R \\ \tau > 0}} = 0, \quad \left. \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta = 0 \\ r > R \\ \tau > 0}} = \left. \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta = \pi \\ r > R \\ \tau > 0}} = 0,$$

$$-\lambda_1 \left. \frac{\partial T_1(R, \theta, \tau)}{\partial r} \right|_{0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}} = q_1, \quad -\lambda_2 \left. \frac{\partial T_2(R, \theta, \tau)}{\partial r} \right|_{\frac{\pi}{2} + 0 < \theta \leq \pi} = q_2, \quad \tau > 0.$$

В предположении, что градиент температуры в каждом из рассматриваемых полуограниченных тел не зависит от координаты θ , и с учетом условия (3) при соотношении тепловых потоков $2q^* = q$ [2, 3] получаем задачу, эквивалентную приведенной выше. Уравнения (1) и (2) с соответствующими начальными и граничными условиями запишутся следующим образом:

$$\frac{\partial T_1(r, \tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \quad \tau > 0, \quad \left(0 \leq \theta < \frac{\pi}{2} \right);$$

$$\frac{\partial T_2(r, \tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \quad \tau > 0, \quad \left(\frac{\pi}{2} < \theta \leq \pi \right).$$

Решение задачи для первого тела имеет вид:

$$T_1(r, \tau) = - \left(\frac{qR^2(r-R)}{\sqrt{\pi} \sqrt{a_1} r (\lambda_1 + \lambda_2)} + \frac{qR^3(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi} r (\lambda_1 + \lambda_2)^2} \right) \frac{1}{\sqrt{\tau}} + \frac{qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)r},$$

(4)

$$r > R, \quad \tau > 0, \quad \left(0 \leq \theta < \frac{\pi}{2} \right),$$

где $\lambda_1, \varepsilon_1, \lambda_2, \varepsilon_2$ – соответственно теплопроводности и тепловые активности первого и второго тел (рис. 5).

При равенстве тепловых потоков от моделируемых круглого и поверхностного сферического источников тепла при соотношении их радиусов $R_{\text{п}} / R = 2$ уравнение (4) адекватно реальному тепловому процессу на определенном временном интервале.

Расчетное уравнение, описывающее термограмму на VI участке вне зоны структурного превращения, получено на основе решения краевой задачи, которая формулируется следующим образом.

Тепловая система представляет собой два полуограниченных тела (рис. 5) с различными ТФХ, на сферической поверхности которых действует источник тепла постоянной мощности. Тепловой источник действует задаваемый интервал времени, затем отключается и система остывает.

Математически данная задача записывается следующим образом:

$$\frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r, \theta, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$

$$\left(r > R, 0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}, \tau > 0 \right);$$

$$\frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r, \theta, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$

$$\left(r > R, \frac{\pi}{2} < \theta \leq \pi, \tau > 0 \right);$$

$$T_1(r, \theta, 0) \Big|_{\substack{r \geq R \\ 0 \leq \theta \leq \frac{\pi}{2}}} = f(r), \quad T_2(r, \theta, 0) \Big|_{\substack{r \geq R \\ \frac{\pi}{2} \leq \theta \leq \pi}} = f(r);$$

$$T_1(\infty, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ 0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}}} = T_2(\infty, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ \frac{\pi}{2} < \theta \leq \pi}} = 0, \quad T_1(R, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ 0 \leq \theta \leq \frac{\pi}{2}}} = T_2(R, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ \frac{\pi}{2} \leq \theta \leq \pi}},$$

$$\left. \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta=\frac{\pi}{2}-0 \\ r>R \\ \tau>0}} = \left. \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta=\frac{\pi}{2}+0 \\ r>R \\ \tau>0}} = 0, \quad \left. \frac{\partial T_1(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta=0 \\ r>R \\ \tau>0}} = \left. \frac{\partial T_2(r, \theta, \tau)}{\partial \theta} \right|_{\substack{\theta=\pi \\ r>R \\ \tau>0}} = 0,$$

$$\lambda_1 \left. \frac{\partial T_1(R, \theta, \tau)}{\partial r} \right|_{0 \leq \theta < \frac{\pi}{2}-0} = 0, \quad \lambda_2 \left. \frac{\partial T_2(R, \theta, \tau)}{\partial r} \right|_{\frac{\pi}{2}+0 < \theta \leq \pi} = 0, \quad \tau > 0,$$

где $f(r)$ – функция начального распределения температуры в каждом полуограниченном теле;

$$f(r) = \frac{qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)r}.$$

Решение задачи для первого тела имеет вид:

$$T_1(r, \tau) = \frac{qR^3(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{r\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2} \left(\frac{(r-R)(\lambda_1 + \lambda_2)}{\sqrt{a_1}R(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)} + 1 \right) \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \quad r > R, \quad \tau > 0, \quad \left(0 \leq \theta < \frac{\pi}{2} \right).$$

$$\text{При } r = R: \quad T_1(R, \tau) = \frac{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)^2\sqrt{\pi}} \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \quad \tau > 0, \quad \left(0 \leq \theta < \frac{\pi}{2} \right). \quad (5)$$

Полученные решения (4), (5) описывают термограммы на рабочих участках вне зон структурных превращений и используются в методе неразрушающего теплофизического контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах.

В третьей главе даны расчетные выражения и представлены основные операции при реализации метода.

Преобразуем выражение (4) к виду:

$$T(r, \tau) = b_1 t + b_0, \quad (6)$$

$$\text{где } b_1 = - \left(\frac{CB\varepsilon}{(\lambda + \lambda')\lambda} + \frac{B^2(\varepsilon + \varepsilon')}{A(\lambda + \lambda')^2} \right); \quad (7)$$

$$b_0 = \frac{B}{\lambda + \lambda'}; \quad (8)$$

$$t = \frac{1}{\sqrt{\tau}}; \quad A = \frac{q\sqrt{\pi}R}{r}; \quad B = \frac{qR^2}{r}; \quad C = \frac{(r-R)}{\sqrt{\pi}}; \quad \lambda_2 = \lambda'; \quad \lambda_1 = \lambda; \quad \varepsilon_2 = \varepsilon'; \quad \varepsilon_1 = \varepsilon.$$

Параметры A , B , C , λ' , ε' – постоянные прибора, учитывающие конструктивные особенности устройства и режимы опыта; λ , ε – теплопроводность и тепловая активность исследуемого тела.

Постоянные прибора определяются из градуировочных экспериментов, значения коэффициентов b_0 и b_1 – по термограммам методом наименьших квадратов. Используя формулу (8), текущие значения теплопроводности λ_n^* для n -й термопары:

$$\lambda_n^* = \frac{B_n}{b_{0in}} - \lambda'_n, \quad (9)$$

$$B_n = \frac{b_{01n}b_{02n}}{b_{02n} - b_{01n}}(\lambda_{01} - \lambda_{02}), \quad \lambda'_n = \frac{\lambda_{01n}b_{01n} - \lambda_{02n}b_{02n}}{b_{02n} - b_{01n}},$$

здесь n – порядковый номер термопары, считая от центра зонда; B_n , λ'_n – постоянные прибора для n -й термопары; b_{0in} – текущие значения коэффициента; λ_{01} , λ_{02} – теплопроводности образцовых мер; b_{01n} , b_{02n} – коэффициенты, определенные по термограммам, зафиксированным на образцовых мерах.

Представим выражение (5) в виде:

$$T(R, \tau) = ht, \quad (10)$$

$$\text{где } t = \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \quad h = \frac{(\varepsilon + \varepsilon')qR^2}{(\lambda + \lambda')^2\sqrt{\pi}}.$$

Выделим в h постоянную прибора $D = \frac{qR^2}{\sqrt{\pi}}$ и обозначим $\frac{(\varepsilon + \varepsilon')}{(\lambda + \lambda')^2} = \mu$, тогда:

$$\mu = \frac{h}{D}. \quad (11)$$

Постоянную прибора D находят из градуировочного эксперимента на образцовой мере:

$$D = \frac{h_0}{\mu_0},$$

где h_0 – коэффициент, определенный по термограмме, зафиксированной на образцовой мере; μ_0 – теплофизический комплекс образцовой меры.

Значение коэффициента h определяется по термограмме методом наименьших квадратов. Выражение для вычисления текущих значений μ^* при $r = R$:

$$\mu^* = \frac{h_i}{D}, \quad (12)$$

где h_i – текущие значения коэффициента.

Модели (6) и (10) не учитывают возможного структурного перехода в исследуемом теле.

Для контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах метод включает: тепловое воздействие от плоского круглого источника тепла постоянной мощности; одновременное фиксирование температурных откликов в нескольких заданных точках поверхности исследуемого тела на стадиях нагрева и остывания; пошаговую обработку термограмм по разработанным алгоритмам с помощью ИВС.

Разработаны две методики, реализующие метод.

Первая методика предполагает фиксирование структурных превращений по аномалиям ТФХ в узких температурном и временном интервалах с изменением интенсивного параметра (температуры или времени) и предусматривает проведение градуировки ИВС по двум образцовым мерам. Методика включает в себя следующие этапы.

1 Градуировка прибора: фиксирование термограмм на двух образцах с известными ТФХ; определение рабочих участков термограмм; расчет постоянных прибора.

2 Фиксирование термограмм на исследуемом образце. Определение рабочих участков каждой термограммы. Для расчета текущих значений коэффициентов b_0 , b_1 , и h экспериментальную термограмму разбивают на интервалы с номерами точек $1 \dots k$; $2 \dots k + 1$; $u - k + 1 \dots u$, где k – целое положительное нечетное число, большее 3, u – количество точек в термограмме. Для каждого интервала вычисляют значения b_{1i} , b_{0i} , h_i и T_s . Здесь T_s – средняя температура изделия из k текущих пошаговых измерений. Вычисление текущих значений ТФХ (ε^* , λ^* , c^* , μ^*) по каждому интервалу. Построение зависимостей $\varepsilon^* = f(T_s)$, $\lambda^* = f(T_s)$, $c^* = f(T_s)$, $\mu^* = f(T_s)$. Построение зависимостей $\varepsilon^* = f(\tau)$, $\lambda^* = f(\tau)$, $c^* = f(\tau)$, $\mu^* = f(\tau)$.

3 Фиксирование температурно-временных параметров структурных превращений, которые сопровождаются аномальными изменениями ТФХ на узких температурном и временном интервалах, путем анализа построенных зависимостей ε^* , λ^* , c^* , μ^* от температуры или времени.

4 Дифференцирование релаксационных и твердофазных превращений по данным (например, трех) термограмм, зафиксированных при различных скоростях изменения температуры (с ростом скорости изменения температуры релаксационные переходы перемещаются в сторону больших температур, чего не происходит с фазовыми переходами).

Вторая методика не требует проведения градуировочных экспериментов и может быть использована для экспресс-контроля.

В области структурных превращений наблюдаются аномалии, выражающиеся в скачках и разрывах на зависимостях ТФХ от температуры (или времени), которые (7), (8) и (11) могут быть зафиксированы по изменениям текущих параметров b_{0i} , b_{1i} , h_i моделей (6) и (10).

Построив зависимость между одним из параметров b_{0i} , b_{1i} , h_i и температурой образца, по характерным пикам определяют температурные интервалы структурных превращений в полимерных материалах без проведения градуировочных экспериментов.

Будем рассматривать модели (6) и (10) как случайные стационарные процессы (протекающие во времени однородно, частные реализации которых с постоянной амплитудой колеблются вокруг средней функции), для которых дисперсии по сечениям – постоянные величины. Если в исследуемом полимерном материале происходит, например, твердофазное превращение из одной кристаллографической модификации в другую, которое сопровождается тепловым эффектом, то величины дисперсий коэффициентов b_{0i} , b_{1i} и h_i будут резко изменяться в достаточно узких временном и температурном интервалах.

Дисперсии текущих параметров b_{0i} , b_{1i} для каждого интервала оцениваются по следующим формулам:

$$S_{b_{1i}}^2 = \frac{S_{T_i}^2}{\Sigma_z}, \quad S_{b_{0i}}^2 = S_{T_i}^2 \left(\frac{1}{k} + \frac{\bar{z}_i^2}{\Sigma_z} \right), \quad (13)$$

$$S_{T_i}^2 = \frac{1}{k-2} \left\{ \sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (T_j - T_s)^2 - \frac{\left[\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} T_j (z_j - \bar{z}_i) \right]^2}{\Sigma_z} \right\}, \quad (14)$$

$$\bar{z}_i = \frac{1}{k} \sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (1/\sqrt{j\Delta\tau}), \quad T_s = \frac{1}{k} \sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} T_j, \quad z_j = \frac{1}{\sqrt{j\Delta\tau}},$$

$$\Sigma_z = \sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (z_j - \bar{z}_i)^2.$$

где T_j – температура на j шаге измерения, $\Delta\tau$ – промежуток времени, через который производятся измерения, i – номер интервала.

Величина дисперсии S_h^2 находится аналогично $S_{b_1}^2$.

Фиксирование аномалий на кривых зависимостей дисперсий ($S_{b_{0i}}^2, S_{b_{1i}}^2, S_{h_i}^2$) от температуры позволяет проводить экспресс-анализ экспериментальных данных при выборе режимных параметров работы ИВС. Формулы (6) – (14) являются основой алгоритмического обеспечения ИВС.

В четвертой главе даны описание и принцип работы ИВС, представлены схемы зондов, особенности их конструкций, алгоритмическое и программное обеспечения ИВС.

ИВС (рис. 6) включает в себя сменные ИЗ, блок усилителей, измерительно-вычислительное устройство (ИВУ), персональный компьютер (ПК) и периферийные устройства.

ИЗ состоит из нагревателя (Н), встроенного в подложку зонда, и трех термоэлектрических преобразователей (ТП).

В состав ИВУ входят: аналого-цифровой преобразователь (АЦП); микропроцессор на базе 16-битного микроконтроллера с тактовой частотой 11 МГц; блок стабилизированного питания (БП); устройства ввода-вывода информации, набор цифровых, аналоговых и релейных портов и т.д. В качестве ПК используется IBM-совместимый компьютер. Составные части ИВС объединены между собой системным программно-аппаратным интерфейсом. Функционирование ИВС возможно как в производственных (без ПК), так и лабораторных условиях.

Принцип работы ИВС состоит в следующем. Сигнал с измерительного зонда поступает на АЦП ИВУ и затем в микропроцессор, где обрабатывается по определенной программе. В процессе проведения эксперимента регистрируются термограммы, т.е. зависимости избыточной температуры T (или температуры изделия T^*) от времени. Конструкцией и программным обеспечением ИВС предусмотрены возможности фиксировать термограммы как на стадии нагрева, так и на стадии остывания после отключения нагревателя.

В пятой главе приведены примеры реализации метода контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах. Для определения температурно-временных характеристик структурных превращений использовались разные информативные параметры ($\varepsilon^*, \lambda^*, c^*, \mu^*, b_{1i}, b_{0i}, h_i, S_{b_{0i}}^2, S_{b_{1i}}^2, S_{h_i}^2$).

На рис. 7 представлены зависимости $c^* = f(T_s)$ и $\varepsilon^* = f(T_s)$ для Ф4К20, построенные по термограмме, зарегистрированной в центре зонда на стадии нагрева при следующих условиях опыта: $T_H = 18,3$ °С; $R_H = 2,5$ мм; $W = 1,6$ Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta\tau = 0,5$ с.

Зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ и $\mu^* = f(T_s)$ для ПТФЭ (рис. 8) построены по термограммам, зафиксированным в центре зонда на стадиях нагрева (а) и остывания (б). Условия опытов: а) $T_H = 13,8$ °С; $R_H = 4$ мм; $W = 0,9$ Вт; $\Delta\tau = 0,5$ с; б) $T_H = 19,4$ °С; $R_H = 4$ мм; $W = 1,0$ Вт; $\Delta\tau = 0,5$ с.

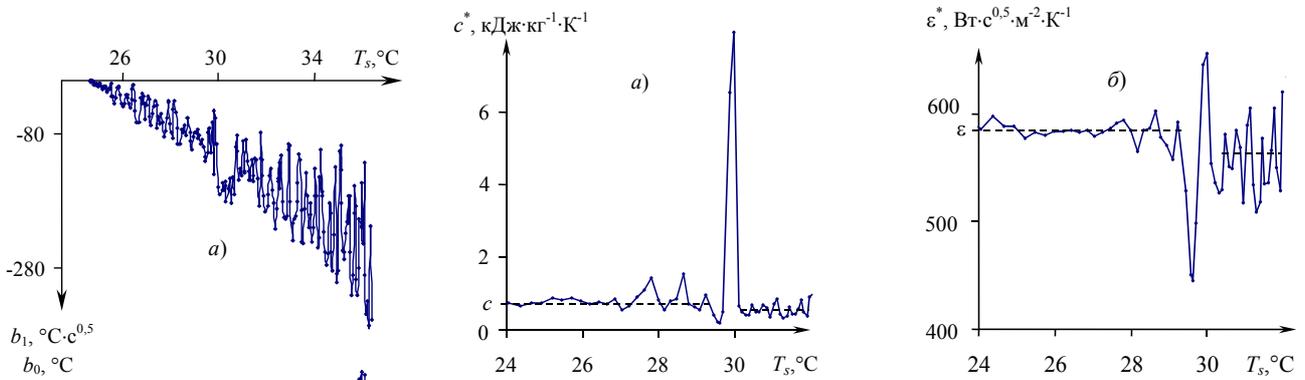


Рис. 7 Иллюстрации аномалий c^* и ε^* на кривых $c^* = f(T_s)$

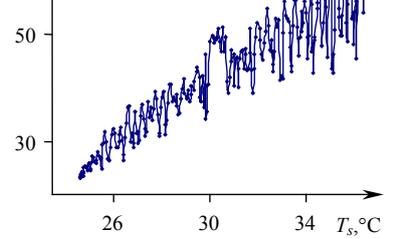


Рис. 10 Зависимости $b_1 =$

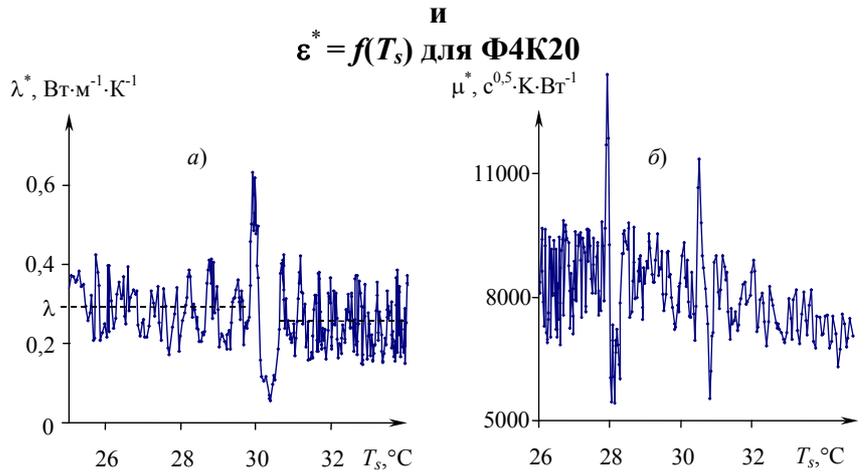


Рис. 8 Иллюстрации аномалий λ^* и μ^* на кривых $\lambda^* = f(T_s)$, $\mu^* = f(T_s)$ для ПТФЭ

Полиморфные твердофазные переходы в $\Phi 4K20$ (рис. 7) и в ПТФЭ (рис. 8, а) при 30°C явно зафиксированы. На рис. 8, б полиморфное твердофазное превращение в ПТФЭ проявилось в виде дублета в интервале температур $28\dots 31^\circ\text{C}$. Появление сложных дублетных (или триплетных) зависимостей в области температур твердофазных переходов зависит от кинетики процессов, при этом температуры пиков могут смещаться с изменением скорости нагрева или остывания.

На рис. 9 представлены зависимости $b_1 = f(T_s)$, $b_0 = f(T_s)$ на рабочем участке термограммы для $\Phi 4K20$. Условия опыта такие же, как на рис. 7.

На рис. 10 представлены зависимости $b_1 = f(T_s)$, $b_0 = f(T_s)$ вне рабочего участка для ПТФЭ. Испытания проводили при следующих условиях: $R_{\text{п}} = 4$ мм; $T_{\text{н}} = 24,3^\circ\text{C}$; $W = 0,6$ Вт; $\Delta\tau = 0,5$ с. Экспериментальные данные получены термопарой, расположенной на расстоянии $L_1 = 7$ мм от центра зонда на стадии нагрева.

Анализируя зависимости $b_0 = f(T_s)$ и $b_1 = f(T_s)$ (рис. 9, 10), можно сделать вывод о том, что параметры b_0 и b_1 реагируют на появление твердофазного полиморфного превращения как на рабочем участке, так и вне его.

На рис. 11 представлены зависимости $S_{b_1}^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ. Испытания проводили при следующих условиях: $R_{\text{п}} = 4$ мм; $T_{\text{н}} = 15^\circ\text{C}$; $W = 0,8$ Вт; $\Delta\tau = 0,5$ с.

Полиморфное твердофазное превращение в ПТФЭ (рис. 11) зафиксировано в одной реализации эксперимента по двум каналам дублетами в интервале температур $29\dots 31^\circ\text{C}$.

Проведен анализ погрешностей, их видов, причин возникновения и способов уменьшения или учета. Определено, что значение относительной погрешности δ_T при определении температуры структурного превращения не превышает $1,7\%$.

Таким образом, разработанный метод позволяет осуществлять неразрушающий контроль температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах по ряду параметров, наиболее информативным из которых является теплоемкость. Без калибровочных экспериментов фиксирование аномалий на кривых зависимостей b_{1i} , b_{0i} , h_i , $S_{b_{0i}}^2$, $S_{b_{1i}}^2$ и $S_{h_i}^2$ от температуры позволяет проводить экспресс-анализ при выборе режимных параметров работы ИВС.

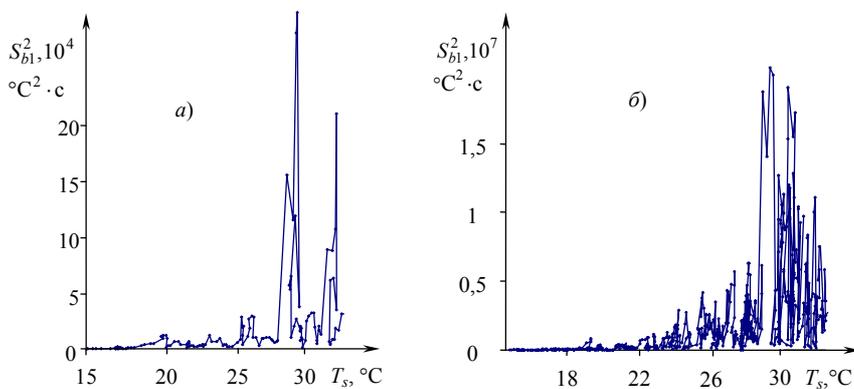


Рис. 11 Зависимости $S_{b_1}^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограммам, зафиксированным на двух каналах в одной реализации опыта:

а – в центре зонда; *б* – на расстоянии 7 мм от центра зонда

Основные выводы и результаты работы

1 Предложена физическая модель измерительного устройства и математические модели тепловых процессов, протекающих в исследуемом теле при нагреве и остывании вне зоны структурных превращений.

2 Поставлены и решены краевые задачи нестационарной теплопроводности в сферическом пространстве с учетом регуляризации тепловых потоков.

3 Разработан тепловой метод неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений (фазовых, релаксационных) в полимерных материалах по аномальным изменениям ТФХ, а так же по ряду параметров моделей, но уже без калибровочных экспериментов.

4 Метод НК структурных превращений позволяет различать релаксационные и твердофазные превращения в одной реализации эксперимента.

5 Создана ИВС неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

6 Разработаны математическое и программное обеспечения ИВС, реализующей предложенный метод.

7 Проведен анализ погрешностей измерений на различных стадиях контроля, выполнена экспериментальная проверка на ряде полимерных материалов, показавшая эффективность применения метода.

8 Результаты исследований приняты к использованию ФГУП «Тамбовский завод "Октябрь"», ОАО «Научно-исследовательский институт химикатов для полимерных материалов» (НИИХИМПОЛИМЕР, г. Тамбов), внедрены в учебный процесс ТГТУ.

Цитированная литература

1 Теплофизические измерения и приборы / Е.С. Платунов, С.Е. Буравой, В.В. Курепин, Г.С. Петров. Л.: Машиностроение, 1986. 256 с.

2 Карслоу Г. Теплопроводность твердых тел / Г. Карслоу, Д. Егер. М.: Наука, 1964. 487 с.

3 Козлов В.П. Двумерные осесимметричные нестационарные задачи теплопроводности / В.П. Козлов. Минск: Наука и техника, 1986. 392 с.

Основные публикации по теме диссертации

1 Многомодельный метод неразрушающего теплофизического контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех // Вестник ТГТУ. Т. 9. 2003.

№ 2. Рубрика 01. Препринт № 07. 36 с.

2 Майникова Н.Ф. Распределение температурного поля в полуограниченном теле от источника тепла постоянной мощности / Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин, А.С. Чех // III Росс. нац. конф. по теплообмену: Сб. тр. В 8 т. М., 2002. Т. 7. С. 181 – 183.

3 Регистрация аномалий тепловой активности материалов: Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, А.С. Чех. (ТГТУ). № 2003610932; заявлено 26.02.03; зарегистрировано 16.04.03.

4 Определение тепловой активности: Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, А.С. Чех. (ТГТУ). № 2003610580; заявлено 8.01.03; зарегистрировано 6.03.03.

5 Определение ТФХ: Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех. (ТГТУ). № 2003610931; заявлено 26.02.03; зарегистрировано 16.04.03.

6 Регистрация аномалий ТФХ: Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех. (ТГТУ). № 2003611204; заявлено 31.03.03; зарегистрировано 23.05.03.

7 Использование компьютерной системы для исследования структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.С. Чех, С.С. Никулин // II Междунар. науч.-практ. конф.: Матер. конф.

В 6 ч. Новочеркасск, 2001. Ч. 3. С. 37 – 39.

8 Метод контроля структурных превращений в полимерах. Этап имитационного исследования / А.А. Балашов, С.С. Никулин, А.С. Чех, Н.Ф. Майникова // Труды ТГТУ. Тамбов, 2002. Вып. 11. С. 121 – 126.

9 Чех А.С. Моделирование измерительно-информационной системы контроля твердофазных превращений в полимерах / А.С. Чех, Н.Ф. Майникова // Математические методы в технике и технологиях: Сб. тр. XV Междунар. науч. конф. В 10 т. / ТГТУ. Тамбов, 2002. Т. 7. С. 130 – 132.

10 Чех А.С. Контроль структурных превращений в полимерных материалах / А.С. Чех // VII науч. конф. ТГТУ: Тез. докл. Тамбов, 2002. С. 56.

11 Майникова Н.Ф. Теплофизический метод контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, А.С. Чех // VII науч. конф. ТГТУ: Тез. докл. Тамбов, 2002. С. 55 – 56.

12 Жуков Н.П. Многомодельный метод для теплофизического контроля / Н.П. Жуков, А.С. Чех // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения, информатики, экономики и права: Сб. науч. тр. V Междунар. науч.-практ. конф. М., 2002. С. 79 – 83.

13 Майникова Н.Ф. Распределение температурного поля в сферическом полупространстве от действия источника тепла постоянной мощности / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех // Проблемы газодинамики и теплообмена в энергетических установках. М., 2003. С. 413 – 417.

14 Жуков Н.П. Определение комплекса теплофизических характеристик полимерно-керамических материалов неразрушающим методом / Н.П. Жуков, А.С. Чех, А.В. Чурилин // Проблемы газодинамики и теплообмена в энергетических установках. М., 2003. С. 383 – 386.

15 Жуков Н.П. Многомодельный метод неразрушающего контроля / Н.П. Жуков, А.С. Чех // Проблемы газодинамики и теплообмена в энергетических установках. М., 2003. С. 386 – 390.