

А. Н. Магунов

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ В ЗОНЕ ТВЕРДОПЛАМЕННОГО ГОРЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ МЕТОДОМ СПЕКТРАЛЬНОЙ ПИРОМЕТРИИ

Ключевые слова: самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), смесь титан-бор, лазерное и микроволновое инициирование, спектр теплового излучения, измерение температуры.

С помощью нового метода оптической пирометрии, основанного на регистрации непрерывных спектров теплового излучения в широком интервале длин волн, определены температуры в зоне экзотермической реакции твердопламенного горения порошковой смеси титан-бор. При разных способах инициирования – лазерном и микроволновом – температуры сохраняют приблизительно постоянное значение (2500-2600 К). В случае, когда на поверхности смеси образуется плазма и происходит наложение спектров, спектральная пирометрия позволяет провести их разделение и исключить атомарные линии и молекулярные полосы при вычислении температуры.

Keywords: self-propagating high-temperature synthesis (SHS), titanium-boron mixture, laser and microwave initiation, thermal radiation spectrum, temperature measurement.

With the use of novel technique of spectral pyrometry, based on registration of continuous spectra of thermal radiation in wide range of wavelength, temperatures within a zone of exothermic reaction of solid-flame combustion have been determined. Under various methods of initiation – laser or microwave – temperatures retain approximately constant value (2500-2600 K). In the case when a plasma formation on the powder surface takes place and different spectra are superimposed, spectral pyrometry gives the possibility to separate of spectra and eliminate both atomic lines and molecular bands in temperature calculation.

Проблема температурных измерений в зоне реакции СВС [1, 2] методом оптической пирометрии состоит в том, что оптические свойства любой порошковой смеси не только неизвестны, но и изменяются во времени. Излучательная способность смеси меняется при изменении объемного (массового) соотношения реагентов в смеси, размеров реагирующих частиц (например, Ti и B), температуры, химического и фазового состава реагентов и продуктов реакции (TiB или TiB₂). Поэтому достижение высокой точности при измерении температуры методами яркостной и цветовой пирометрии сомнительно, такие измерения носят, скорее, качественный характер. Кроме того, в спектрах излучения иногда присутствуют интенсивные спектральные линии элементов, вступающих в реакцию, что препятствует проведению температурных измерений по интенсивности теплового излучения в узких интервалах спектра.

Для определения температуры объектов с неизвестной излучательной способностью разработан новый метод – спектральная пирометрия [3]. Интенсивность теплового излучения объекта измеряется не на одной или двух длинах волн, а одновременно на 2000 длин волн, в диапазоне от 200-300 нм до 800-1000 нм, с помощью спектрометра с ПЗС-линейкой. При этом отсутствие данных об оптических свойствах объекта компенсируется обширной спектральной информацией. В каждом эксперименте проверяется подобие регистрируемого спектра объекта спектру черного тела, и температура вычисляется, как параметр наблюдаемого распределения интенсивности, по той области длин волн, где имеется подобие. Ранее было показано, что в коротковолновой области спектра любой непрозрачный объект является серым излучателем.

Лазерное инициирование реакции СВС проводилось с помощью облучения порошковой смеси

Ti-B пучком непрерывного Nd:YAG лазера (длина волны 1.064 мкм) мощностью 5 Вт. Диаметр лазерного пучка 3 мм. Образец – слой порошковой смеси насыпной плотности толщиной 0.5 - 1 мм и диаметром 2- 6 мм на подложке (поликор или кварц толщиной 0.4-1 мм). Размеры частиц Ti не более 45 мкм, частиц B примерно 1 мкм. Насыпной слой содержал по 50% (объемных) порошков Ti и B, что соответствует примерному отношению масс 66:34. Микроволновое инициирование реакции проводилось с помощью импульсного СВЧ генератора - гиротрона (длина волны излучения 4 мм, длительность импульса 0.3-8 мс, мощность 30 - 250 кВт, диаметр пучка в плоскости образца около 4 см). Плотность СВЧ мощности на поверхности образца составляет по порядку величины 10 кВт/см². Излучение в обоих случаях падает на образец по вертикали сверху. Спектры излучения регистрировали с помощью дифракционных ПЗС-спектрометров HR-2000+ (Ocean Optics) в диапазоне длин волн $\lambda = 380-800$ нм или $\lambda = 350-760$ нм (2048 пикселей). Подробная схема экспериментальной установки приведена ранее [4].

В эксперименте с лазерным (на длине волны 1.064 мкм) инициированием реакции СВС в порошковой смеси Ti-B зарегистрированы бесструктурные непрерывные спектры излучения, подобные планковскому спектру. Это позволяет определять температуру смеси, об излучательной способности которой нет никаких данных. Для образцов разной массы интенсивность спектров отличается в десятки раз, при этом температура сохраняет почти постоянное значение и составляет 2500-2600 К. Время протекания реакции в образце массой 0.1-5 г не превышает нескольких миллисекунд. Время накопления каждого спектра излучения составляет 3-5 мс, частота регистрации последовательных спектров достигает сотен Гц. Калибровка спектральной чувствительности пирометра проводится с помощью эта-

лонной радиометрической лампы с известным спектром излучения. Погрешность определения температуры по коротковолновому участку спектра теплового излучения не превышает ± 50 К. Занижение вычисляемой температуры относительно действительного значения связано с ее пространственной неоднородностью в области визирования. Завышение температуры относительно действительного значения обусловлено влиянием спектральной селективности поглотительной (и излучательной) способности порошковой смеси.

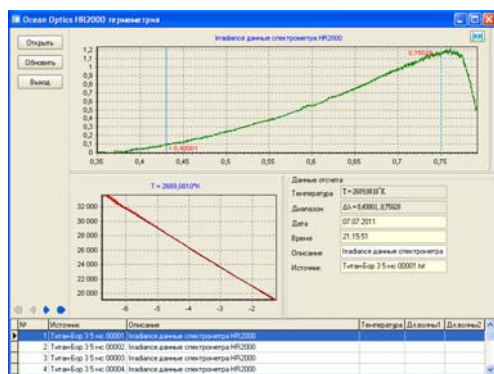


Рис. 1 - Окно программы “Спектральная пирометрия”: сверху спектр теплового излучения, маркером выделена область длин волн 430-750 нм; внизу выделенный фрагмент построен в координатах Вина; температура, вычисленная по спектру, составляет 2690 К

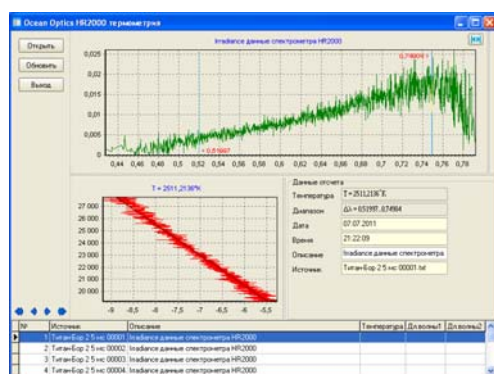


Рис. 2 - Окно программы “Спектральная пирометрия”: сверху спектр теплового излучения, маркером выделена область длин волн 520-750 нм; внизу выделенный фрагмент построен в координатах Вина; температура, вычисленная по спектру, составляет 2510 К

На рис.1 и 2 показано окно программы “Спектральная пирометрия”. Сверху в каждом окне виден спектр излучения нагретой порошковой смеси. Снизу показан фрагмент того же спектра в координатной плоскости, в которой спрямляется коротковолновая часть планковского спектра (область Вина). Наклон прямой определяет температуру. Отличие между двумя экспериментами состоит в том, что массы образцов отличаются примерно в 50 раз (на рис.1 приведен спектр при горении порошковой смеси массой 5 г, на рис.2 - массой 0.1 г). Интенсивность спектров теплового излучения тоже отличается

в 60 раз. Температура при этом сохраняет практически постоянное значение.

При иницировании реакции СВС в смеси Ti-B мощным импульсом СВЧ-излучения длительностью 0.3 мс регистрируются качественно разные спектры во время импульса и после его окончания. Во время импульса на поверхности смеси появляется тонкий слой плазмы, происходит испарение реагентов, при этом в спектре излучения наблюдаются атомарные линии (Ti) и молекулярные полосы (TiO). После разделения спектров излучения поверхности смеси и плазмы температура реагирующей смеси вычисляется по непрерывному спектру (рис.3), она составляет 2600 К.

После окончания СВЧ-импульса в спектре излучения исчезают линии и полосы, связанные с возбуждением плазмы, и светится только нагретая порошковая смесь (реагенты и продукты реакции), температура достигает 2500 К. С уменьшением мощности СВЧ генератора наблюдается стадия длительностью 10-20 мс, на которой температура смеси падает, и свечение в видимой области спектра практически отсутствует. Затем происходит увеличение интенсивности свечения, и реакция развивается в самоподдерживающемся режиме. Спектр на стадии распада плазмы и развития реакции СВС является бесструктурным, он показан на рис.4.

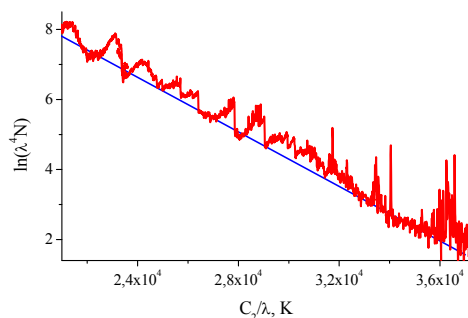


Рис. 3 – Спектр излучения порошковой смеси и эрозивной плазмы при иницировании СВС импульсным микроволновым разрядом на поверхности порошковой смеси Ti-B

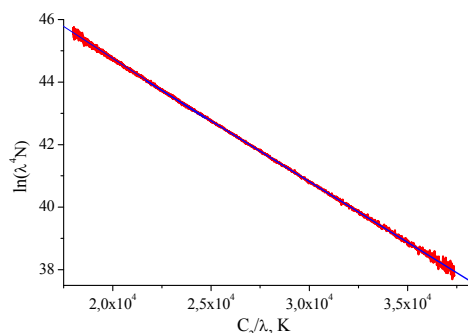


Рис. 4 – Спектр теплового излучения порошковой смеси Ti-B после распада плазмы

Ранее методом спектральной пирометрии были измерены температуры в зоне экзотермических реакций в порошковых смесях Ti – CuO, Ti – PbO, Mo – CuO и др. [5]. В этих случаях спектры

излучения включали, кроме температурной составляющей (непрерывного спектра), еще неравновесную составляющую (многочисленные атомарные линии титана, меди, свинца, молибдена и др.), связанную с присутствием в эрозионной плазме микроволнового разряда электронов с энергией порядка 3 эВ и испаренных атомов металлов. Разработан метод разделения интегральных спектров при их наложении с целью выделить непрерывный тепловой спектр, по которому и вычисляется температура поверхности. При наложении на непрерывный спектр линейчатого спектра эта задача поддается решению сравнительно просто. При наложении на непрерывный спектр полосатого молекулярного спектра (аналогичного спектру, показанному на рис.3) задача разделения становится более сложной, поскольку при перекрытии полос трудно провести базовую линию, отделяющую непрерывный и полосатый спектры. Основным методом, позволяющим разделять спектры в этом случае, является расширение спектрального интервала пирометра, при этом в интегральном спектре можно найти участки, в которых полосы отсутствуют. Непреодолимые пока препятствия при разделении спектров возникают при наложении нескольких непрерывных спектров теплового излучения объектов с температурами, отличающимися не слишком существенно.

Использованный в данной работе спектрометр с кремниевой ПЗС-линейкой позволяет измерять температуры, превышающие 950-1000 К. Представляет интерес измерение всей температурной динамики от начала нагревания порошковой смеси до достижения полного превращения реагентов в продукты реакции. В частности, необходимо точно и с высоким временным разрешением измерять сравнительно низкие температуры в течение индукционного периода в случае импульсного микроволнового инициирования. Для изучения реакции при лазерном инициировании актуальной задачей является определение температурной динамики перед воспламенением смеси и после него, т.е. точное детектирование температуры воспламенения. Это предполагается осуществлять с помощью спектрометров с охлаждаемой линейкой фотоприемников на основе InGaAs, область чувствительности которых лежит в интервале длин волн 0.9-2.5 мкм. Спектральный пирометр с такими фотоприемниками позволяет проводить измерение температуры объектов с неизвестной излучательной способностью (пламен с углеродными частицами, взрывов, оптически тонких диэлектриков и др.) в диапазоне 400-2000 К [6].

Применительно к задачам диагностики реакций СВС метод спектральной пирометрии в области сравнительно низких температур позволит, вероятно, решить одну из наиболее важных проблем, связанных с воспламенением смеси. Вопрос заключается в сравнении температур плавления реагентов с температурой воспламенения смеси. Неясно, может ли развиваться самоподдерживающаяся реакция при температурах меньших, чем температу-

ра плавления наиболее легкоплавкого реагента. В настоящее время в НИИПМТ проводятся исследования в этом направлении.

Для уменьшения систематических погрешностей при измерениях температуры необходимо выбирать участок спектра, который соответствует условию выполнения модели серого излучателя: максимальная длина волны в этом участке, по крайней мере, в три раза меньше, чем длина волны, соответствующая максимуму интенсивности в спектре черного тела при той же температуре [3]. Из-за сильного (экспоненциального) уменьшения интенсивности теплового излучения в области коротких волн для работы в этом интервале спектра требуется значительно повысить светосилу спектрометра.

Для повышения быстродействия спектральных пирометров (например, для регистрации последовательности спектров с частотой 1 кГц, при времени накопления единичного спектра 1 мс) также необходимо значительно увеличить светосилу приборов. В настоящее время прием излучения проводится с помощью открытого конца оптического волокна диаметром 0.6 мм. При использовании зеркального входного объектива диаметром 3-5 см интенсивность светового потока на каждый пиксел ПЗС-линейки возрастет на 3-4 порядка, что позволит записывать каждый спектр за меньшее время и изучать быстротекущие процессы, связанные с тепловыделением в химических реакциях. В частности, в реакциях СВС в порошковых смесях представляют интерес температурные измерения с пространственным разрешением порядка 10 мкм. При скорости движения фронта реакции порядка 10 см/с время, за которое изменяется температура на участке с характерным размером 10 мкм, составляет 0.1 мс. Чтобы провести несколько измерений температуры за это время, необходимо повысить быстродействие ПЗС-линеек на два порядка, т.е. регистрировать единичные спектры за время порядка 10 мкс (в настоящее время серийно выпускаемые линейки имеют быстродействие 1 мс). Чтобы зарегистрировать спектр теплового излучения, необходимо накопить в каждом пикселе достаточное число фотоэлектронов (порядка нескольких тысяч). Эта цель может быть достигнута существенным увеличением входной апертуры спектральных пирометров.

Литература

1. А.Г. Мержанов, *Успехи химии*. **72**, 3, 323-345 (2003).
2. A. Makino, *Progr. Energy Combust. Sci.* **27**, 1-74 (2001).
3. А.Н. Магунов. *Спектральная пирометрия*. Физматлит, Москва, 2012. 248 с.
4. Г.М. Батанов, Н.К. Бережецкая, И.А. Косый, А.Н. Магунов, *ЖТФ*. **78**, 10, 135-138 (2008).
5. Г.М. Батанов, Н.К. Бережецкая, И.А. Косый, А.Н. Магунов, *Физ. плазмы*. **32**, 6, 571-576 (2006).
6. М.А. Пыльнев, А.Н. Магунов, *Международ. науч.-техн. конф. "Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения", INTERMATIC-2012* (Москва, Россия, 3-7 декабря 2012 г.). МИРЭА, Москва, 2012. Ч.1. С.60-63.