Министерство образования и науки Российской Федерации Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет»

Н.Ф. Майникова, С.В. Мищенко, Н.П. Жуков, И.В. Рогов

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА НЕРАЗРУШАЮЩЕГО ТЕПЛОВОГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Рекомендовано научно-техническим советом университета в качестве монографии



Тамбов Издательство ФГБОУ ВПО «ТГТУ» 2012 УДК 67 ББК Л71-1с108 M545

Рецензенты:

Заслуженный деятель науки Российской Федерации, академик РАЕН, доктор физико-математических наук, профессор Э.М. Карташов

Заместитель директора по научной работе ГНУ ВНИИТиН Россельхозакадемии, доктор технических наук, профессор *С.А. Нагорнов*

М545 Методы и средства неразрушающего теплового контроля структурных превращений в полимерных материалах : монография / Н.Ф. Майникова, С.В. Мищенко, Н.П. Жуков, И.В. Рогов. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2012. – 320 с. – 100 экз. – ISBN 978-5-8256-1155-8.

> Посвящена решению актуальной проблемы – созданию неразрушающих тепловых методов и средств оперативного контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах.

> Предназначена для инженеров, научных сотрудников, аспирантов и студентов, занимающихся вопросами изучения и разработки измерительных средств экспресс-контроля структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

> > УДК 67 ББК Л71-1с108

ISBN 978-5-8256-1155-8

© Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет» (ФГБОУ ВПО «ТГТУ»), 2012

ОСНОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ И АББРЕВИАТУРА

а	– температуропроводность, м ² /с;
С	теплоемкость, Дж/К;
Cρ	– объемная теплоемкость, Дж/(м ³ ·К);
С	– удельная теплоемкость, Дж/(кг·К);
${\cal C}_{ m H}$	– теплоемкость единицы площади нагревателя, Дж/(м ² ·К);
\overline{q} , \overline{q}_0	 мощность, выделяющаяся на единицу площади нагревателя, Вт/м²;
q_1, q_2	 плотность теплового потока, поступающего в объект контроля и материал подложки зонда, Вт/м²;
<i>x</i> , <i>y</i> , <i>z</i> , <i>r</i>	– пространственные координаты, м;
θ	– угол в сферической системе координат, рад;
R	– радиус сферического поверхностного нагревателя, м;
$R_{\text{пл}}$	– радиус круглого плоского нагревателя, м;
Т	– избыточная температура, К и °С;
T _H	– начальная температура, К и °С;
T^*	– температура поверхности изделия, °С;
T_s	 среднее значение температуры из k измеренных значений, °C;
T_j	– температура на <i>j</i> -м шаге измерения, °С;
V^{*}	– скорость изменения температуры, К/мин;
W	– мощность на нагревателе, Вт;
λ	- теплопроводность, Bт/(м·К);
$\lambda_{01}, \lambda_{02}$	 теплопроводности образцовых мер, Вт/(м·К);
λ^*	– текущее значение теплопроводности, Вт/(м·К);
$\Delta \tau$	 временной шаг измерения температуры, с;
τ	– время, с;
Ω_{π}	 – безразмерная теплота фазового перехода;
Θ	 – безразмерная избыточная температура;
3	– тепловая активность, $Bt \cdot c^{0.5}/(m^2 \cdot K)$;
$\epsilon_{01}, \epsilon_{02}$	– тепловые активности образцовых мер, Вт·с ^{0,5} /(м ² ·К);
μ	 теплофизический комплекс, (К·с^{0,5})/Вт;
ζ	– безразмерная координата;
Fo = $a\tau/r^2$	– критерий Фурье;
f(r)	- функция начального распределения температуры, °С;

 $E_1(x) = \int_{x}^{\infty} \frac{\exp(-u)}{u} du$ – экспоненциальный интеграл;

- ⊽ оператор Лапласа;
- и параметр интегрирования, с;
- p параметр преобразования Лапласа, c^{-1} ;
- *H*_и толщина исследуемого изделия, м;
- $R_{\rm T}$ термическое сопротивление, (м²·K)/Вт;
- *D* критерий сериальной корреляции Дарбина-Ватсона;
- S^2 дисперсия;
- *S* среднее квадратическое отклонение.

ДСК (DSC) – дифференциальная сканирующая калориметрия; – дифференциальный термический анализ; ДТА ИЗ - измерительный зонд; ИИС - информационно-измерительная система; МΓ межфазная граница; Н - нагреватель; ΗК неразрушающий контроль; ПС - полистирол; ΠМ - полимерный материал; ПММА - полиметилметакрилат; ПТФЭ политетрафторэтилен; ПЭНП – полиэтилен низкой плотности; TA - термический анализ; ТΠ - термоприемник; ТФС - теплофизические свойства; Ф4К20 коксонаполненный политетрафторэтилен; ΦП – фазовый переход.

Все усложняющиеся задачи по повышению качества промышленной продукции, належности объектов требуют дальнейшего совершенствования методов и средств контроля и диагностики состояний изделий из полимерных материалов (ПМ) [1]. Полимерные материалы широко применяются в различных областях народного хозяйства, что обусловлено разнообразием их свойств, которые можно изменять, используя новые технологии [2-4]. Свойства полимеров задаются на уровне молекулярном, а реализуются – на уровне надмолекулярных структур [5-12]. 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 ПМ влияют на все типы состояний и переходов в готовых изделиях при эксплуатации. Практическое использование ПМ, как материалов с разнообразными и необычными механическими и другими свойствами, невозможно без глубокого изучения суперпозиций их состояний и переходов [13 – 28]. Информация о структурных переходах в ПМ необходима также для назначения технологических режимов их переработки в изделия и последующей эксплуатации [28 – 36].

Применяющиеся для изучения и контроля состояния ПМ спектроскопические [9, 10], рентгеновские [37], традиционные релаксационные методы [36, 39], дифференциальный термический анализ [39, 40], дифференциальная сканирующая калориметрия [41] и другие методы [42-44] требуют изготовления специальных образцов, длительного времени испытания, использования дорогостоящего оборудования. Среди существующих методов термического анализа (ТА) не имеется неразрушающих методов для регистрации температурновременных характеристик структурных превращений в полимерах, поэтому создание новых неразрушающих оперативных методов, дающих определять температурно-временные характеристики возможность структурных превращений в полимерах по аномалиям теплофизических свойств (ТФС) при изменении температуры, является актуальным.

В случае неразрушающего контроля (НК) активными тепловыми методами ТФС проявляются через температурный отклик (термограмму) исследуемого образца на тепловое воздействие, которому подвергается образец (или изделие) в специально организованном эксперименте [45 – 48]. Известно, что теплофизические измерения отличаются сложностью проведения эксперимента и трудностью обработки полученных данных. Реализация контактного метода НК усложняется тем,

что тепловое воздействие и получение измерительной информации в ходе эксперимента возможно осуществлять только на ограниченном участке поверхности исследуемого объекта. Поэтому наиболее важной и сложной задачей при создании тепловых методов НК является разработка математических моделей, адекватно описывающих реальные процессы теплопереноса в объектах исследования [45 – 53].

процессы теплопереноса в объектах исследования [45 – 55]. Аналитически решить задачу нестационарного теплопереноса в системе: исследуемое полимерное изделие–зонд при наличии струк-турного превращения в ПМ, затруднительно, так как неизвестны изме-нения ТФС полимерного материала в температурном интервале структурного превращения, неизвестен закон движения границы структурного перехода. Известные решения краевых задач нестационарной теплопроводности, описывающие процесс распространения тепла в твердом теле при наличии структурного превращения, имеют сложные ре-шения, которые непригодны для использования в методе НК. Также известно, что постановка и решение тепловых задач, ис-пользующих аппарат аналитической теории теплопроводности для

областей с границами, перемещающимися по определенному закону, существенно упрощаются.

Лыковым А.В. доказано, что регулярные тепловые режимы первого и второго рода имеют общее свойство, характеризующееся независимостью от времени отношения теплового потока в любой точке тела к потоку тепла на его поверхности. Математическая модель, описывающая термо-грамму, в данном случае чаще всего является линейной по параметрам или легко линеаризуется. Однако основная часть этих методов базируется на моделях для тел конечных размеров (пластина, шар) [46-53]. Применительно же к методам НК следует говорить не о регулярном тепловом режиме для всего тела (так как оно принимается неограниченным), а о *регуляризации* теплового процесса только для определенной области тела. Следовательно, если проводить ТА, основываясь только на участках термограммы, соответствующих регуляризации теплового режима в ках термограммы, соответствующих регуляризации теплового режима в локальной области исследуемого тела, расположенной вблизи нагрева-телей и термоприемников, то расчетные соотношения будут более про-стыми и во многих случаях линейными по параметрам. Причем, чем больше таких характерных участков будет найдено и описано аналити-чески, тем больше появляется возможностей определить температурно-временные характеристики структурных превращений в исследуемом объекте по аномальным значениям ТФС при изменении температуры, используя различные математические модели, адекватно отражающие процессы теплопереноса в определенные интервалы времени. Таким образом, проблема разработки методов и средств НК, обеспечивающих точность и оперативность определения температур-

но-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композитах на их основе, является важной и актуальной.

Глава 1

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Современные полимерные материалы находят все более широкое применение в самых различных отраслях промышленности. Во многом это обусловлено разнообразием их свойств, которые можно варьировать как путем создания (синтеза) новых типов полимеров, так и разрабатывая новые технологии конструирования полимерных материалов из уже имеющихся полимеров или путем их модифицирования [2 – 4].

Для полимеров характерна сложная гетерогенная структура на надмолекулярном уровне, которая определяется, в основном, условиями переработки полимеров в изделия и обусловлена их цепочечным строением [5].

Гибкость молекул полимеров обеспечивает наличие ряда агрегатных и фазовых состояний, богатство морфологических структур кристаллических образований, различные физические и релаксационные состояния аморфного полимера. Применение гетеросополимеров, смесей полимеров, введение пластификаторов и наполнителей в полимерные материалы (ПМ) влияет на все типы состояний и переходов в готовых изделиях при эксплуатации. Практическое использование ПМ невозможно без глубокого изучения суперпозиций их состояний и переходов [5 – 13].

Сложность и большой объем экспериментальных исследований по определению качества, долговечности и надежности как традиционных полимерных материалов, так и вновь синтезированных требуют совершенствования известных и создания новых методов и средств их контроля [14, 15].

1.1. СТРУКТУРА ПОЛИМЕРОВ. СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Структура полимеров. Твердое тело, в том числе и полимер, представляет собой систему, состоящую из различных типов структурных элементов (атомов, молекул, ядер и электронов, молекулярных групп и сегментов и т.д.). Совокупность структурных элементов каждого типа представляет собой подсистему [9, 54, 55].

В обобщенной формулировке под структурой полимера понимают совокупность трех признаков [9].

1. Типы структурных элементов, из которых состоит полимер (система), а следовательно, и соответствующие им подсистемы.

2. Характер взаимного упорядоченного или неупорядоченного расположения структурных элементов относительно друг друга в пространстве (кристаллические и аморфные структуры, дальний и ближний порядок различных типов и т.д.). Эту геометрическую характеристику называют топологической или морфологической структурой полимера.

3. Тип связей между структурными элементами и характер молекулярной или тепловой подвижности структурных элементов (колебательные, вращательные или поступательные движения), частота и скорость локальных перемещений, т.е. атомно-молекулярная подвижность, а в случае сложных структурных элементов – их кинетическая стабильность и времена жизни. Эту сторону структурной характеристики иногда называют динамической структурой.

Химическая структура полимеров. Полимеры представляют собой вещества, образованные химическими направленными валентными связями, к которым, в основном, относятся ковалентные и ионно-ковалентные связи. С точки зрения химической структуры полимеры подразделяются на линейные, слоистые и пространственные (сетчатые) [2 – 13].

Большинство линейных полимеров имеет сложную химическую структуру цепей с боковыми атомными группами. В общем случае в полимерных цепях имеется несколько типов боковых групп [15 - 27]. Наличие в цепях полимера боковых групп даже одного типа приводит к усложнению структуры цепей (стереоспецифичности), и в зависимости от технологии синтеза полимеров могут быть получены макромолекулы (стереоизомеры) трех типов микроструктуры: изотактической (все боковые группы расположены по одну сторону цепи), синдиотактической (боковые группы попеременно направлены в противоположные стороны) и атактические (направление боковых групп имеет случайный, статистический характер). Существуют также полимеры с особыми структурами цепей [2 – 4, 11 – 13, 16 – 24, 56 – 58]. К ним относятся: гребнеобразные полимеры, лестничные с жесткими цепями и звездообразные.

Исходя из химической структуры полимеров можно сказать, что полимеры имеют подсистемы как атомов углерода, так и других атомов и атомных групп в главной цепи и в боковых группах, подсистемы боковых групп, подсистемы магнитных моментов ядер, спинов электронов и т.д. К химической структуре полимеров относят и существование в данном полимере распределения макромолекул по молекулярным массам, от которого зависят реологические и прочностные свойства полимеров. **Физическая структура полимеров.** Физическая структура полимеров характеризуется взаимным расположением макромолекул и их частей, в частности, кристаллической и аморфной структурой, структурой в дальнем и ближнем порядке и т.д. [9 – 12]. В силу того, что число кристаллических и аморфных форм в полимерах огромно, то это обуславливает различные физические свойства, а так же многообразие релаксационных явлений в полимерах [5 – 13, 15 – 27, 29 – 37].

Аморфные линейные полимеры могут находиться в стеклообразном, высокоэластическом и вязкотекучем физических состояниях, которые являются в действительности релаксационными состояниями. Обычно аморфная фаза находится в метастабильном термодинамическом состоянии. Присутствующая в полимерах кристаллическая фаза занимает некоторый объем полимера и сосуществует с аморфной фазой [2 – 13, 57 – 62].

В кристаллических полимерах упорядоченная фаза распределена в объеме в виде кристаллитов или их агрегатов. Вследствие этого возникает развитая граница раздела толщиной 1 – 3 нм между кристаллической и аморфной фазами. Молекулярная подвижность в межфазном слое ограничена. В результате того, что элементы каждой подсистемы распределены по различным структурным фракциям, их молекулярная подвижность будет различаться в разных фракциях.

В полимерах имеются три характерные температуры: температура стеклования, температура текучести, температура плавления, выше которой кристаллический полимер переходит в расплав.

В аморфных полимерах при повышении температуры сначала достигается температура стеклования, после этого – температура текучести, а затем – температура химического разложения. Но, в случае очень большой молекулярной массы полимера, температура текучести становится выше температуры химического разложения и вязкотекучее состояние не реализуется [5 – 12].

В аморфно-кристаллических полимерах с повышением температуры в аморфной фазе сначала достигается температура стеклования и происходит переход из стеклообразного в высокоэластическое состояние. Одновременно с этим в кристаллической фазе могут происходить фазовые переходы от одной кристаллической модификации к другой [28]. При большой молекулярной массе полимера кристаллическая фаза после плавления переходит в высокоэластическое состояние. При небольшой молекулярной массе полимер сразу переходит в вязкотекучее состояние. Однако многие линейные полимеры при плавлении сначала переходят в жидкокристаллическое состояние [63 – 65].

Существуют два основных типа кристаллической структуры в полимерах. Первый тип кристаллов – менее плотный, с большим числом дефектов. Второй тип кристаллов, близкий по структуре к монокристаллу, имеет большую плотность, меньшую долю свободного объема и меньшую атомно-молекулярную подвижность [9]. В связи с этим дается следующая классификация морфологической структуры полимеров: элементарные надмолекулярные и надсегментальные образования (микродомены и домены – упорядоченные микрообласти, первичные кристаллы, микроглобулы), агрегаты доменов (ламели, микрофибриллы), агрегаты микрофибрилл и мультиламели, кристаллиты, агрегаты глобул (макроглобулы), суперкристаллы и сферолиты.

О размерах элементов морфологической структуры полимеров можно судить по следующему примеру [15, 36].

Реальная структура аморфно-кристаллических полимеров представляет собой суперрешетку, узлами которой являются кристаллические области (кристаллиты). Эта решетка может быть дефектна и отличаться нерегулярностью структуры. Сами кристаллиты могут быть дефектны изнутри и на поверхности.

На рисунке 1.1 представлен элемент структуры твердого аморфно-кристаллического полимера (кристалло-аморфного) [9]. Кристаллиты изображены заштрихованными квадратиками. Видны также петли и свободные цепи, не вносящие вклад в сплошность и, следовательно, прочность. На схеме утрированы расстояния между кристаллитами и объем пустот.

Сплошность образца полимера в целом обеспечивают цепи, соединяющие между собой кристаллиты – так называемые проходные цепи (рис. 1.1 и 1.2, δ). Они же обеспечивают и прочность, так как разрушить образец, не разорвав проходные цепи, практически очень сложно, но они не определяют деформируемость полимера, которая зависит от доли натянутых проходных цепей [66].



Рис. 1.1. Элемент структуры кристалло-аморфного полимера



Рис. 1.2. Схема строения двух типов пластинчатых монокристаллов типа КСЦ (кристаллов из сложенных цепей):

 а – регулярные складки; б – нерегулярные складки, перемежающиеся с петлями и свободными концами цепей;
 I – цепи со свободными концами; 2 – петли; 3 – проходные цепи

Кристаллические полимеры, как правило, линейные полимеры с регулярными цепями. Независимо от типа элементарной ячейки для кристаллических полимеров в неориентированном состоянии характерно образовывать сферолиты [5, 9, 66 – 68].

Сферолиты возникают в результате трехмерного роста, когда кристаллизация идет так быстро, что линейный или двумерный зародыш не успевает превратиться в фибриллярный или ламелярный кристалл [9].

Сферолитная структура состоит из лучей сферолита с чередующимися кристаллическими и аморфными участками, из основной аморфной фазы между лучами сферолита и из межфазного слоя. Полимерные цепи при кристаллизации образовывают кристаллиты – ламели (рис. 1.3, *a*). В лучах сферолитов ламели складываются так, что цепи располагаются перпендикулярно направлению лучей. Полимерные кристаллиты являются лишь составной частью сферолитов.



Рис. 1.3. Схема структурных составляющих кристаллических полимеров: *a* – сферолитная структура; *б* – элементы структуры сферолита; *I* – зародыш кристаллизации; *2* – лучи сферолита; *3* – кристаллический участок луча; *4* – аморфный участок луча; *5* – аморфная фаза; *6* – кристаллическая фаза; *7* – межфазный слой

В наиболее часто встречающихся фибриллярных сферолитах кристаллиты являются составной частью лучей (с чередованием кристаллитов и аморфных областей с проходными цепями). Иногда содержание аморфной фазы в лучах очень мало и их можно считать последовательностью ламелей, закрученных вокруг оси луча, при этом образуются так называемые кольцевые сферолиты.

Структурные элементы в сферолите могут быть представлены схемой Пакула, Плюта, Кришевского (рис. 1.3, *a*), которую в дальнейшем уточнил Ягфаров (рис. 1.3, *б*). По Ягфарову [31] кристаллическая фаза представлена кристаллическими участками лучей сферолита – ламелями, аморфная фаза представлена межлучевой и внутрилучевой частями, неупорядоченная часть представлена межфазным слоем [66 – 68].

После образования ламелей в аморфной фазе остаются проходные цепи, концы цепей и петли. Проходные цепи имеются в лучах сферолитов, они соединяют соседние кристаллиты, находясь в основной аморфной фазе. Петли и концы цепей находятся в межфазном слое. Проходные цепи в основной аморфной фазе не имеют возможности складываться, но они могут агрегироваться с соседними цепями, образуя бахромчатые мицеллы кристаллической фазы.

Используемые в технике полимеры всегда аморфно-кристаллические, так как монокристаллы всегда малы и размеры их неудобны для изготовления механических устройств. По структуре аморфнокристаллические полимеры сходны с наполненными, где роль кристаллитов играет наполнитель. Он тормозит рост трещин и увеличивает жесткость аморфной матрицы [9, 11 – 13, 16 – 22].

Для полимеров, как и для других простых тел, различимы фазовые, агрегатные и релаксационные состояния, однако, полимеры вносят в них свою специфику и некоторые добавочные типы состояний и подсостояний.

Агрегатное состояние определяется плотностью и способом упаковки атомов или молекул [5 – 10]. Последнее является фактором, определяющим: сохранение твердым телом своей формы при небольших механических воздействиях; изменение жидкостью своей формы при сохранении объема; способность газа занять свой объем.

Фазовое состояние определяется только способом упаковки атомов или молекул (в случае полимеров – макромолекул или определенных структурных элементов) [5 – 10]. У полимеров важнейшими фазовыми состояниями считаются: кристаллическое, аморфное (структурно-жидкое) и жидкокристаллическое [63, 64].

Согласно термодинамической классификации фазовых переходов порядок (род) перехода определяется условием прерывности соответствующих производных термодинамического потенциала по температуре и давлению при непрерывном изменении самого термодинамического потенциала [9]. Обычно ограничиваются анализом фазовых переходов первого и второго рода. Фазовые переходы первого рода протекают при определенной температуре в условиях равновесного сосуществования обеих фаз. Для переходов первого рода характерно поглощение или выделение скрытой теплоты, скачкообразность изменения свойств по времени или по некоторой термодинамической переменной, гистерезис и т.п. [9]. Типичными фазовыми переходами первого рода являются плавление и испарение. Переходам порядка выше первого характерно постепенное развитие во времени, теплоемкость претерпевает сингулярность, а не разрыв, гигантские флуктуации новой фазы, увеличиваясь по мере приближения к точке перехода, постепенно заполняют объем. Современные теории трактуют все переходы порядка выше первого как переходы второго рода, или непрерывные [9, 28, 35].

Зависимость реакции полимера от времени воздействия на него или скорости изменения внешних условий потребовала в дополнение к принятой в физике классификации состояний по характеру структуры (фазовые состояния) и способности сохранять объем и форму (агрегатные состояния) введения понятия – *релаксационное состояние*. Для аморфных полимеров, к примеру, определяют три таких состояния: первое – стеклообразное (механически твердое, но структурно-жидкое); второе – высокоэластическое (характеризуемое большими обратимыми деформациями, обусловленными разворачиванием цепей без проскальзывания); третье – вязкотекучее (и механически-, и структурножидкое, в котором макромолекулы как целое могут перемещаться друг относительно друга) [9]. Переходы между перечисленными состояниями называют релаксационными.

Релаксация – это процесс установления термодинамического равновесия в физических системах, поэтому под процессами релаксации в полимерах принято понимать процессы перехода системы (полимера) из неравновесного в равновесное состояние [6].

Для полимеров характерны три основных вида релаксационных процессов или температурных переходов: α - или сегментальный процесс релаксации (стеклование) [5 – 10]; β – соответствующий переходу образца из хрупкого в вынужденно-эластическое состояние при температуре хрупкости [13, 29, 41 – 44]; два λ - или *ll*-перехода, первый из которых совпадает с температурой текучести [25 – 27, 30].

Температура, при которой происходит размораживание сегментальной подвижности, названа температурой стеклования (T_c), а сам процесс получил название α -процесса релаксации. В зависимости от типа воздействия на полимер различают температуру стеклования: T_{α} – определяемую частотными методами механической, электрической или магнитной релаксации; T_c – измеряемую методами структурной релаксации и зависимую от скорости изменения температуры. В общем случае наблюдается несколько процессов α -релаксации (α , α_1 , α_2 , ...), один из которых относится к стеклованию полимера, но все переходы α -группы относятся к одной подсистеме сегментов [5 – 10].

Релаксационная концепция стеклования была впервые сформулирована одним из основоположников физики полимеров П.П. Кобеко [60]. Из релаксационной природы стеклования следует, что температура стеклования T_c и температура размягчения T_p с увеличением скорости охлаждения или нагревания должны смещаться к высоким температурам, чего никогда не наблюдается в случае фазовых переходов [9].

Стеклование обусловлено началом кооперативного движения кинетических сегментов основной цепи [5 – 10], β -процесс связан с некооперативным (изолированным) перемещением участков макромолекулы, сопоставимых по длине с сегментами Куна [25 – 27, 29, 30]. Если в главной полимерной цепи имеются различные атомы и группы или звенья, то в полимере будут наблюдаться несколько β -процессов релаксации (β_1 , β_2 , ..., β_n), и, следовательно, в кооперативном сегментальном движении будут участвовать все β -мелкомасштабные движения [5 – 10]. Два λ -перехода связаны с движением участка цепи соответственно между зацеплениями и в самих зацеплениях. Связывают λ -процессы также с разрушением различных упорядоченных элементов структуры полимеров [6 – 10] или относят их к «переходу поведения».

Кроме перечисленных переходов, в полимерах, содержащих боковые группы, наблюдают низкотемпературный γ-переход, приписываемый движению боковых групп совместно с короткими участками основной цепи, и δ-процесс, обусловленный размораживанием подвижности самих боковых групп [9, 36].

Затем следует рассмотреть π - и μ -процессы релаксации, связанные с распадом локальных физических узлов молекулярной сетки, образованных между боковыми группами соседних цепей и между цепями. Если это диполь-дипольная связь, то процесс обозначается π -релаксацией, а для разных типов диполь-дипольных связей в одном и том же полимере – это группа π -, π_1 -, π_2 -релаксационных процессов. Если это локальная ван-дер-ваальсова связь в случае неполярных боковых групп, то это μ -процессы релаксации. И, наконец, если это водородные поперечные связи между полимерными цепями, то их распад с повышением температуры связан с $\mu_{\rm H}$ -процессом релаксации.

Специальный интерес представляют собой криогенные релаксационные переходы ниже 50 К. Их рассмотрению посвящена монография И.И. Перепечко [70].

Таким образом, гибкость молекул полимеров обеспечивает наличие агрегатных и фазовых состояний, богатство морфологических структур кристаллических образований, различные физические состояния аморфного полимера.

В результате различных воздействий (например, температурных) полимерный материал переходит из одного состояния в другое. Практическое использование ПМ невозможно без глубокого изучения суперпозиций их состояний и переходов.

1.2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ. СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОВ

Основные методы исследования структуры полимерных материалов. Физическое строение веществ исследуют с помощью электромагнитных колебаний с различной длиной волны. При этом различают так называемые визуальные и интерференционно-дифракционные методы [1, 2, 71, 72].

Визуальные методы основаны на использовании колебаний с длиной волны, намного меньшей размеров изучаемого структурного

элемента. В этом случае исследователь видит каждый элемент, различает его форму и границы. К визуальным методам исследования относятся световая (оптическая) и электронная микроскопия [1, 2, 71].

Интерференционно-дифракционные методы [37, 71, 72] позволяют ют оценить взаимное расположение большого числа (ансамбля) упорядоченных в пространстве частиц (элементов). В этих методах используются электромагнитные колебания с длиной волны такого же порядка, что и характерный размер изучаемого структурного элемента. В этом случае исследователь видит либо картину дифракции электромагнитных волн на структурных элементах, либо картину интерференции волн, дифрагированных на упорядоченном ансамбле рассеивающих центров. В первом случае можно судить о форме и размерах объекта, на котором происходит рассеяние, во втором – определить расстояние между рассеивающими центрами, т.е. период идентичности.

К интерференционно-дифракционным методам относятся: дифракция рентгеновских лучей под большими и малыми углами (рентгенография, рентгеноструктурный анализ), дифракция электронов (электронография), дифракция нейтронов (нейтронография) и рассеяние света [71, 72].

Самостоятельную группу методов изучения структуры тела составляют интегральные методы, которые основаны на измерении зависимости какого-либо показателя физических свойств материала от его структуры. К таким методам относятся: теплофизические (измерение теплоемкости, температур переходов, дифференциальный термический анализ, тепловые эффекты растворения и т.п.): механические (измерения прочностных, деформационных и релаксационных свойств); электрические (электрическая проницаемость, диэлектрические потери, электропроводность и т.д.) и дилатометрические (измерения плотности и ее изменения во времени) методы [39 – 48, 69 – 89].

Наиболее реально различия в физических свойствах полимеров, таких как сжимаемость, теплоемкость, тепловая активность, ползучесть, деформируемость, акустические, диэлектрические характеристики и др., проявляются в зоне структурных переходов (при этом они могут быть растянутыми по времени, температуре или другим интенсивным параметрам).

Как указывалось выше, полимер, с точки зрения физики, представляет собой некоторую систему, состоящую из подсистем. Так как даже слабое взаимодействие между подсистемами полимера играет важную роль в квазинезависимых релаксационных процессах, образующих в совокупности дискретный спектр времен релаксации, то можно сказать, что релаксационные явления в полимерах тесно связаны с особенностями их структуры. В современных методах исследований четко обозначился релаксационно-спектрометрический подход. Различные методы исследований: инфракрасная спектроскопия (ИКС), электронный парамагнитный резонанс (ЭПР), дифференциально-термический анализ (ДТА), рентгеноструктурный анализ (РСА), дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), масс-спектрометрия (МС), ядерный магнитный резонанс (ЯМР), диэлектрометрия (ДЭ), малоугловое рентгеновское рассеяние (МУР), считавшиеся традиционно чисто «структурными», наряду с методами механики разрушения рассматриваются как разделы единой релаксационной спектрометрии. Они позволяют установить, что именно процессы релаксации во многом ответственны за комплекс свойств полимеров, например, механических, электрических, оптических и т.д.

Классификацию методов исследования различных типов релаксационных процессов можно дать исходя из классификации физических воздействий, при помощи которых систему переводят из равновесного в неравновесное состояние. Можно выделить четыре таких воздействия: механическое, электрическое, магнитное и несиловые (температурные) воздействия (в виде поглощения или выделения тепла). Соответственно этому, будут наблюдаться следующие процессы релаксации [10, 39 – 43, 69 – 78]: механическая, электрическая, магнитная, структурная (тепловая).

Методы механической релаксации связаны с воздействием на полимер механических сил. Наблюдают деформационные процессы релаксации различными механическими методами. Методы электрической или, что для полимеров более характерно, – диэлектрической релаксации, связаны с воздействием на полимер электрических полей. Наблюдают эти процессы релаксации различными электрическими методами или методами, связанными с определением диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь. Методы магнитной релаксации связаны с воздействием на полимер магнитных полей. Наблюдают эти процессы релаксации методами ЯМР, ЭПР и др. [78, 79].

Методы структурной релаксации связаны с тепловым воздействием на полимер, например, при нагревании или охлаждении, с последующим наблюдением процессов релаксации теплофизическими методами. К ним относятся все методы, связанные с измерением теплоемкости, температуропроводности, тепловой активности, теплового расширения и теплопроводности [39 – 43]. Структурная релаксация также может наблюдаться в полимерах при исследовании малоугловым рентгеновским методом [37], методом рассеяния нейтронов, методами позитронной спектроскопии, бриллюэновского рассеяния и фотонной корреляционной спектроскопии, а также по температурным зависимостям динамического модуля упругости и скорости звука. Однако следует заметить, что для некоторых аморфных или аморфно-кристаллических полимеров чувствительность последних методов не всегда и не для всех релаксационных процессов бывает достаточна [10].

Большую группу методов наблюдения структурной релаксации составляют методы термостимулирования [10]. Сущность метода состоит в том, что при высоких температурах под воздействием силовых полей изменяют структуру полимера, которая при быстром понижении температуры замораживается. В дальнейшем полимер нагревают при отсутствии силовых полей, при этом наблюдается процесс структурной релаксации. Существуют также методы, в которых полимер подвергается воздействию различных видов излучений при низких температурах. После этого, при нагревании полимера наблюдается высвечивание (методы радиотермолюминесценции) [6 – 10].

В общей сложности методы структурной релаксации полимеров можно разделить на четыре группы [10]: структурно-тепловая релаксация, наблюдаемая после резкого изменения температуры или в процессе нагревания-охлаждения теплофизическими методами; структурно-барометрическая релаксация, наблюдаемая при резком изменении давления [10]; структурно-термостимулированная релаксация, наблюдаемая при нагревании в отсутствие силовых полей, либо после замораживания структуры, измененной при влиянии силовых воздействий при более высоких температурах, либо после возбуждения структуры при действии различных видов излучений при низких температурах; прямые наблюдения температурной зависимости структурно-чувствительных параметров при заданной скорости нагревания (прямые структурные методы, оптические методы, акустическая спектрометрия и др.) [69 – 77].

Наиболее широкое применение среди методов механической релаксации из квазистатических методов имеет метод релаксации напряжения, который позволяет получать непрерывный и дискретный спектры времен релаксации, из динамических методов – методы свободных затухающих и вынужденных колебаний и метод резонансных колебаний, позволяющие получить спектры внутреннего трения и температурные зависимости модуля упругости и модуля потерь. Еще одной разновидностью методов механической релаксации является акустическая спектроскопия. Измерение скорости звука, при распространении продольных и поперечных смещений, позволяет измерить модуль упругости или сдвига в полимерных пленках или волокнах. Измеряется также поглощение звука, что позволяет измерить модули потерь или же другие показатели внутреннего трения [10]. Механическая релаксация, динамическая релаксационная спектроскопия, а также диэлектрическая релаксация полимеров позволяют проводить измерения механических и диэлектрических потерь в большом интервале частот. Эти методы позволяют исследовать как быстрые, так и медленные процессы релаксации.

Диэлектрическая релаксация полимеров во многом аналогична механической динамической релаксации [76 – 78]. Методы электрической релаксации позволяют изучать явления, связанные: с процессом релаксации диполей под действием переменного электрического поля (только для полярных полимеров), при этом измеряются диэлектрические потери и диэлектрическая проницаемость; с процессом движения избыточных зарядов в электрическом поле; с омической проводимостью в постоянном электрическом поле; с потерями Максвелла–Вагнера.

Ионная электрическая проводимость полимеров зависит от остатков катализаторов, мономеров и других примесей, являющихся источниками ионов. Поэтому для измерения электрической проводимости полимеров требуется тщательная очистка полимеров, что усложняет применение метода электропроводности для оценки структурных и релаксационных свойств полимеров.

Необходимо также заметить, что метод электрической (диэлектрической) релаксации применим только к полярным полимерам. Для некоторых полимеров в электрическом поле не наблюдаются γ - и β -переходы, а для других – температуры α -релаксационных переходов не совпадают с температурами, определенными методами механической и структурной релаксации [9]. Вследствие этого, методы электрической (диэлектрической) релаксации не обладают универсальностью метода механической релаксации.

Метод ЭПР позволяет получить уникальную информацию относительно подвижности макромолекул и пространственного характера движений, конформации и взаимодействия цепных молекул в растворе, их ориентационной упорядоченности. Метод ЯМР [78, 79] позволяет измерять релаксационные характеристики в узком интервале высоких частот. Метод ЯМР, кроме того, позволяет исследовать подсистему ядерных магнитных моментов, что практически недоступно для других методов.

В отличие от механического и теплового воздействия на полимер электрические и магнитные поля возбуждают не все подсистемы. Электрические поля не возбуждают подсистемы, состоящие из структурных элементов (кинетических единиц), не обладающих дипольными моментами или электрическими зарядами (ионы и др.), а магнитные поля действуют только на подсистемы, структурные элементы которых имеют магнитные моменты [9]. Так как система релаксирует по своим внутренним законам, и она выводится из состояния равновесия и при механической релаксации, и при структурной, то времена отдельных простых релаксационных процессов, связанных с подвижностью структурных элементов данной системы, должны быть одними и теми же независимо от того, каким методом фиксируется релаксационный переход. Поэтому методы структурной и механической релаксации являются наиболее универсальными среди вышеуказанных методов и, кроме того, очень важно, что имеется определенная взаимосвязь между ними [9, 10].

Теплофизические методы являются одними из основных методов исследования процессов структурной релаксации в полимерах. Среди теплофизических методов исследования полимеров существенное место занимают методы термического анализа, позволяющие изучать особенности теплового движения в полимерах, термические характеристики переходов и релаксационных процессов.

Рассмотрим более подробно методы термического анализа [39 – 43]. Термический анализ (ТА) служит для исследования процессов, происходящих в веществе при его непрерывном нагревании или охлаждении. ТА состоит в регистрации температуры определенным образом выбранной точки в исследуемом веществе и получении, таким образом, температурно-временных характеристик поведения материала. Одним из методов ТА является дифференциальный термический анализ (ДТА), позволяющий определить не только температуру и тепловой эффект фазового перехода, но и получить целый ряд важных сведений о структуре полимеров, разнообразных химических превращениях, характере теплового движения, влиянии дисперсных наполнителей и др. [2, 39 – 43].

ДТА основан на сравнении термических свойств образца и исследуемого вещества, принятого в качестве эталона. Регистрируемым параметром служит разность температур образца и эталона, измеряемая при нагревании или охлаждении образца с постоянной скоростью.

Метод ДТА применяется для регистрации переходов, при которых изменяется либо энтальпия, либо теплоемкость вещества. По изменениям энтальпии можно обнаружить фазовые переходы, по аномальному изменению теплоемкости – определить температуру стеклования.

Процессы, сопровождающиеся тепловыми эффектами, приводят к возникновению разности температур между образцом и инертным веществом, что фиксируется на термограммах в виде пиков. Если превращения связаны с переходом полимера из высокоэластичного в стеклообразное состояние (стеклование), то на термограммах могут появляться характерные резкие отклонения разности температур [88, 89]. Судить о фазовых переходах можно по разрыву непрерывности, резким и плавным изгибам, ширине и положению максимумов, а также по изменению угла наклона температурных кривых теплофизических характеристик [2, 36, 39 – 43].

Основной количественной информацией, при использовании метода ДТА, являются температурные характеристики фазовых и релаксационных превращений. Точность определения температуры перехода при скорости изменения температуры от 1 до 10 °C/мин составляет ± 0.5 °C [39].

Помимо вышеперечисленного, метод ДТА позволяет оценить тепловые эффекты превращений. Оценки основаны на анализе площадей пиков в предположении, что теплота процесса пропорциональна площади пика. Но, поскольку в методе ДТА для оценки тепловых эффектов необходимы упрощающие предположения об однородности распространения теплового поля, так как температура измеряется термопарой, касающейся образца в одной точке, то это сильно ограничивает возможности использования метода для точных калориметрических измерений [39 – 43, 46]. Точность измерения составляет приблизительно 10...15%.

Следующим методом ТА является метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). ДСК позволяет определять как термодинамические параметры веществ теплоемкость и ее изменения, температуру, энтальпию и энтропию фазовых переходов, энергетические изменения различной природы, так и кинетические характеристики процессов и релаксационных переходов в условиях линейно программируемого изменения температуры [41].

Метод ДСК основан на нагревании или охлаждении образца и эталона с заданной скоростью при сохранении их температур одинаковыми и измерении компенсирующего теплового потока, поддерживающего температуру образца в пределах заданной программы [41]. Для этого в электрическую цепь калориметра встроены два контура нагревания – контур средней и дифференциальной температур. Контур средней температуры обеспечивает изменение температуры образца и эталона с заранее заданной постоянной скоростью. Контур дифференциальной температуры обеспечивает равенство температур образца и эталона в случае возникновения в образце фазового или релаксационного переходов, связанных с поглощением или выделением теплоты. Количество теплоты в единицу времени, необходимое для компенсации разности температур образца и эталона, фиксируется в виде функции от температуры. Энтальпия процесса определяется по площади под графиком зависимости теплового потока от времени [41].

Таким образом, фундаментальным отличием метода ДСК от ДТА является регистрация непосредственно тепловой мощности процесса.

Метод ДСК позволяет также определять температурную зависимость теплоемкости путем сравнения результатов измерения на образце с известной массой по сравнению с результатами измерений для стандартного вещества.

Основные недостатки методов ДТА и ДСК следующие [39-43]:

a) относительно низкие надежность и точность – в большинстве случаев погрешность измерений составляет 5...10%;

б) необходимость калибровки во всем исследуемом интервале температур;

в) неточности в определении площадей пиков кривых из-за изменения хода базовой линии во время перехода или реакции;

г) для осуществления метода необходим образец материала, т.е. метод является «разрушающим».

Основная задача, решаемая при рассмотрении полимерных систем, состоит в том, что определяется, куда сдвигаются температуры фазовых или релаксационных переходов при каких-либо воздействиях на полимер или при изменении его состава и структуры.

При исследовании аморфно-кристаллических полимеров методом ДСК на кривых можно наблюдать присутствие двух и более эндотермических пиков. Возможны следующие причины возникновения этих пиков [41]:

1. Реорганизация метастабильных кристаллов из сложенных цепей (КСЦ).

2. Рекристаллизация КСЦ.

3. Фазовые переходы в твердых полимерах, предшествующие плавлению.

4. Присутствие в полимере кристаллов разного строения.

5. Присутствие кристаллов двух и более преимущественных размеров.

6. Образование новых (вторичных) кристаллов вследствие низкотемпературного отжига.

7. Плавление исходных и дефектных кристаллов в облученных полимерах.

8. Проявление меж- и внутримолекулярной стадий плавления в высокоориентированном полимере.

Наиболее распространенными причинами появления эндотермических пиков являются реорганизация и рекристаллизация КСЦ при медленном нагревании [2, 9, 10, 39 – 42, 90].

При различных скоростях процесса на кривой ДСК может присутствовать либо один эндотермический пик, отвечающий плавлению как исходных, так и возникших в ходе опыта кристаллов, либо сложная дублетная или триплетная зависимости. Происходит это потому, что в большинстве случаев могут одновременно происходить процессы реорганизации и рекристаллизации кристаллов. Форма кривой в этом случае зависит от кинетики процесса [10]: температуры пиков могут смещаться с изменением скорости нагревания, а также с уменьшением скорости возрастает относительная интенсивность более высокотемпературного пика.

Процессы, сопровождающиеся малыми тепловыми эффектами или характеризующиеся малой тепловой мощностью, можно изучать, используя микрокалориметры типа Кальве [42].

В калориметре Кальве две одинаковых калориметрические системы помещены в изотермический блок (термостат), а батарея термопар, расположенных между калориметрическими системами и блоком, работает по дифференциальному принципу. Таким образом, обеспечена компенсация температурных флуктуаций блока и повышена чувствительность прибора. Использование большого числа термопар (до 1000) уменьшает термическое сопротивление без изменения чувствительности прибора. Такой подход решает проблемы, связанные с обеспечением оптимального режима работы прибора и достижением высокой точности измерения [43].

С помощью калориметрических методов можно изучать кинетику медленных процессов [42, 43].

Среди тепловых методов исследования полимеров распространены методы исследования теплового расширения, одним из таких методов является термомеханический метод. Он применяется для изучения характера и масштаба деформаций полимера при достаточно медленном воздействии на него. Метод состоит в измерении зависимости деформации полимера от температуры [2, 9, 10, 40]. По величинам деформации полимера при постоянной температуре через разные промежутки времени можно судить о скорости образования поперечных связей, оценить способность полимера к структурированию, определить температуры начала образования поперечных связей и полного отверждения, что очень важно для оценки технологических свойств полимеров.

Возможность быстрого определения температур стеклования и текучести, относительная простота осуществления метода являются основными его достоинствами [40].

Исследования твердофазных превращений в полимерах. Рассмотрим ранее опубликованные результаты исследований твердофазных переходов в ряде полимерных материалов. Множественные эндотермические пики на кривых ДСК наблюдали у поливинилиденфторида (ПВДФ), полипропилена (ПП), политетрафторэтилена (ПТФЭ), *транс*-1,4-полибутадиена, поли-*n*-ксилилена. В качестве примера рассмотрим данные работы [9], проиллюстрированные рис. 1.4.



Рис. 1.4 Множественные эндотермические пики на кривых ДСК [9]: *а* – поли-*n*-ксилилен в исходном состоянии (1), после нагревания до 625 К с охлаждением до 200 К (2) и после отжига при 625 К, 12 ч (3); *б* – ПП, содержащий 10⁻² (1) или 10⁻⁴ % (масс.) инородной добавки (2),
и без добавки (3); *в* – ПК в исходном низкокристаллическом состоянии (1) и после отжига при 470 К, 4 и 68 ч (2, 3) или при 503 К, 25, 75 и 125 ч (4 – 6); *г* – ПЭТФ, закристаллизованный (1), а затем выдержанный при 443 К в течение 0,17 (1), 1 (2), 10 (3), 30 (4), 60 (5) и 120 мин (6)

На кривых ДСК для высококристаллического (88%) поли-*n*-ксилилена с разной термической предысторией, помимо пика плавления при \approx 700 K, наблюдаются два твердофазных перехода: полиморфное превращение $\alpha \rightarrow \beta_1$ -форма ($\Delta H \approx 5$ кДж/моль) при \approx 500 K и полиморфное превращение $\beta_1 \rightarrow \beta_2$ -форма ($\Delta H \approx 1.5$ кДж/моль) при 550...560 K.

Переходу в изотропный расплав соответствует энтальпия плавления $\Delta H_{nn} \approx 10$ кДж/моль. Твердофазные переходы, особенно первый из них, характеризуются значительной энтропией и отвечают ступенчатому превращению во все более конформационно-разупорядоченные кристаллы.

Для 1,4-полибутадиенов с содержанием 90 – 100% звеньев *транс*изомеров наблюдались дублеты плавления с интервалом между пиками до 50° и более. Это отвечало существованию трех фаз: упорядоченной моноклинной, конформационно-разупорядоченной псевдогексагональной и изотропного расплава [86].

Примечательно, что энтропия перехода от моноклинной к псевдогексагональной модификации оказалась вдвое выше, чем от последней к расплаву. Возникновение значительной конформационной подвижности в кристаллах, вследствие твердофазного перехода, было подтверждено данными ЯМР; объем кристаллов возрастал при этом на 9%.

Следующий пример такого рода – это исследование твердофазного перехода методами ДСК и ИК-спектроскопии в ПВДФ и сополимерах винилиденфторида (ВДФ) и трифторэтилена [87], которые используются в качестве пьезоэлектриков. На кривых ДСК данных полимеров была обнаружена вторая эндотерма, расположенная у ПВДФ всего на несколько градусов ниже $T_{n,r}$; в сополимерах она смещалась на десятки градусов в сторону низких температур. Установлено, что твердофазный переход отвечает точке Кюри – переходу от пьезо- к параэлектрику.

Примером мультиплетной эндотермы плавления полимера, вследствие присутствия в нем кристаллов разного строения, может являться кривая ДСК изотактического ПП, закристаллизованного из расплава в разных условиях. Обычно в ПП превалирует моноклинная фаза с *T*_{пл} ≈ 433 К и лишь в малых количествах – псевдогексагональная фаза с менее плотной упаковкой (*T*_{пл} ≈ 420 K). Однако при введении в расплав ПП очень малых количеств зародышеобразующего агента степень кристалличности полимера не изменяется, но относительное содержание псевдогексагональной фазы резко возрастает и она становится преобладающей. В работе [87] указывается также на образование менее упорядоченной смектической (паракристаллической) фазы в изотактическом ПП при его закалке из расплава. Известны и другие примеры присутствия в полимере разных полиморфных модификаций, например, трех модификаций в полибутене-1, двух – в полиамидах [88], в гуттаперче, в некоторых полиэфирах и полиуретанах [36]. Поскольку переход одной формы в другую сопровождается тепловым эффектом, на температурной зависимости теплоемкости появляется пик, как и в случае плавления.

Температурные области существования каждой из фаз могут быть велики и тогда на кривых $c_{\rho} = f(T)$ наблюдаются два пика, характеризующие плавление каждой из кристаллических модификаций. Встре-

чаются случаи, когда низкотемпературная модификация не успевает полностью перейти в высокотемпературную, так как последняя сразу же начинает плавиться. В таких случаях на кривых теплоемкости могут наблюдаться неразделяющиеся пики, переходящие один в другой (гуттаперча, полибутен-1) [36, 57, 88].

Некоторые полимеры, например, политетрафторэтилен, претерпевают полиморфные превращения при температурах, весьма далеких от области плавления. Поскольку эти переходы происходят в твердом состоянии, они не вызывают существенных изменений деформируемости, однако благодаря изменениям удельного объема могут вызвать дилатометрические эффекты [40].

При высокой чувствительности современных приборов для ТМА четко фиксируются обратимые переходы модификаций политетрафторэтилена при температурах, близких к комнатной. Особенно наглядно они выявляются методом ДТМА – производного ТМА [40].

Релаксационные и твердофазные превращения в ПТФЭ зафиксированы также на графических зависимостях модуля упругости при сдвиге G_1 и логарифмического декремента затухания ΔG от температуры при частоте около 1 Гц в работе [62].

Результаты акустических методов исследований релаксационных и твердофазных превращений в ПТФЭ представлены в работе [62]. Зафиксированы температурные зависимости скорости звука и тангенса угла механических потерь.

Характерные экспериментальные результаты по температурной зависимости температуропроводности кристаллических полимеров приведены в работе [88].

Повышение температуры сначала приводит к заметному падению температуропроводности, затем в области плавления она проходит через минимум, а после завершения плавления достигает примерно тех же значений, что и перед плавлением, обнаруживая при этом очень слабую зависимость от температуры. Такой вид аномального поведения температуропроводности в температурном интервале плавления можно предсказать на основании сопоставления поведения теплоемкости, теплопроводности и плотности. Температурная зависимость температуропроводности политетрафторэтилена имеет экстремумы в областях структурных переходов 19,6 и 30С [24, 69, 70].

Более полные температурные исследования теплофизических свойств политетрафторэтилена были проведены Л.Л. Васильевым и Ю.Е. Фрайманом [89] методом квазистационарного теплового режима.

Все перечисленные примеры методов исследования релаксационных и твердофазных превращений – разрушающие методы, т.е. требующие изготовления специальных образцов. Таким образом, задачи разработки методов и средств НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ – актуальны. А так как теплофизические методы являются основными методами исследования процессов структурной релаксации и надежного фиксирования фазовых превращений в полимерах, то НК температурозависимых ТФС данных материалов позволит решить поставленные задачи.

1.3. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРОЗАВИСИМЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ

В данном разделе проведен анализ, представлены развитие и совершенствование методов и средств неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов, готовых изделий и образцов из твердых материалов, а также известных методов контроля температурновременных характеристик структурных превращений в полимерных материалах.

1.3.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ

В методах НК ТФС искомое теплофизическое свойство проявляется через температурный отклик исследуемого образца на тепловое воздействие, которому подвергается образец в специально организованном эксперименте [1, 46, 47, 53, 96 – 105, 152, 153, 187 – 190, 192, 195, 196, 201].

Публикации, связанные с разработкой НК ТФС изделий из твердых материалов, появились в 70-е годы прошлого века.

Современный уровень теории теплопроводности позволяет однозначно определить в аналитическом виде температурное поле тел достаточно простой формы для большого класса тепловых воздействий на это тело, если в рамках решаемой задачи ТФС остаются постоянными коэффициентами уравнения теплопроводности [44 – 53]. Однако получаемые при этом аналитические выражения для температурного поля в общем виде имеют сложную структуру, поэтому не пригодны для использования в методах НК структурных превращений в ПМ по аномалиям ТФС.

При создании методов и устройств измерения температурозависимых ТФС главные затруднения вызывает выбор такого изотермического сечения, в котором можно с достаточной степенью точности определить температурный градиент и проникающий удельный тепловой поток. При этом структура температурного отклика существенно зависит от геометрии тела, вида теплового воздействия, а также от стадии теплового процесса, вызванного этим воздействием. Поэтому при разработке методов определения ТФС практический интерес представляют только простейшие внутренние обратные задачи теории теплопроводности, которые приводят к явным аналитическим выражениям для коэффициентов теплопроводности, теплоемкости, температуропроводности, тепловой активности исследуемого материала, независимо связывающим их с тепловым воздействием, температурным полем и геометрией образца.

В экспериментальной теплофизике различают две большие группы методов определения ТФС: стационарные и нестационарные [41 – 53]. Определение ТФС стационарным методом основано на том, что тепловой поток, проходящий через исследуемый объект во время проведения измерений, сохраняется постоянным по величине и направлению. Существующие стационарные методы отличаются друг от друга способами учета и компенсации потерь, формами и размерами исследуемых образцов, размещением нагревателей, конструкцией измерительных ячеек, приемами регистрации и обработки измерительной информации.

Следует отметить, что стационарные методы практически не пригодны для определения ТФС материалов и изделий без нарушения их целостности. Серьезными недостатками стационарных методов являются большая длительность экспериментов, необходимость использования специально подготовленных образцов и возможность определения в процессе эксперимента только одного теплофизического параметра – коэффициента теплопроводности λ [81 – 85, 88, 89, 93, 152–158, 181, 294 – 299, 307–309].

Методы определения ТФС материалов, основанные на закономерностях нестационарного теплового потока, можно разделить на группы:

а) методы регулярного режима;

б) методы, основанные на определении параметров нестационарного температурного поля на начальной стадии его развития.

Различают регулярные режимы 1-го, 2-го и 3-го рода. Общая теория методов регулярного режима разработана Г.М. Кондратьевым и его учениками [49 – 51]. Различным вариантам этих методов определения ТФС посвящены работы, в которых рассмотрены способы измерения ТФС образцов цилиндрической формы конечных размеров, стержней, многослойных систем и т.д. Основными недостатками методов регулярного режима являются: длительность эксперимента, возможность проведения измерений только на специально подготовленных образцах определенной формы. Последнее затрудняет применение этих методов. Наиболее приемлемыми для оперативного НК ТФС материалов и изделий являются методы измерения, основанные на определении параметров нестационарного температурного поля на начальной стадии процесса теплопроводности. В данных методах исследуемый объект моделируется в виде полуограниченного тела. Рассмотрим эти методы, останавливаясь, в основном, на тех работах, где определяются ТФС без нарушения целостности и эксплуатационных характеристик исследуемых изделий.

Простейшую структуру имеют одномерные температурные поля. Двух- и трехмерность полей существенно не улучшает эксплуатационные показатели метода и при этом, как правило, ухудшает его метрологические характеристики. Поэтому при создании прямых методов строго согласовывают пространственное расположение теплового источника с геометрией образца, обеспечивая, по возможности, одномерный температурный отклик. Благодаря этому, теоретическую основу большинства современных методов определения ТФС составляют аналитические закономерности одномерных плоских, цилиндрических и сферических тепловых и температурных полей в образцах. Эти образцы могут быть отнесены к классам плоского, цилиндрического или сферического полупространств [44 – 53].

Необходимо так же заметить, что пространственно-временной характер температурного возмущения однозначно зависит от вида теплового воздействия на исследуемое тело. Поэтому одним из классификационных признаков НК ТФС является вид теплового воздействия. Наибольшее применение находят следующие воздействия: изотермическое, постоянной мощности, монотонно изменяющейся мощности, импульсное, гармоническое и комбинированное.

Изотермическими тепловыми воздействиями считают такие воздействия, при которых температура какого-либо слоя тела изменяется скачком и сохраняется постоянной на протяжении всего теплового процесса. Задачи такого типа относятся к классу задач с граничными условиями первого рода, и они достаточно хорошо изучены [47 – 53, 122]. К недостаткам, возникающим при создании методов НК ТФС на основе указанных решений, следует отнести сложность технического обеспечения для реализации требуемых и жестко заданных граничных условий, большие габариты источника тепла, использование системы термостатирования для поддержания заданной температуры всего образца или его границы.

Импульсным называют такое воздействие, при котором выделившаяся за время действия источника конечная энергия не успевает заметно рассеяться за пределы зоны его локализации. Поскольку измерить точно избыточную температуру в точке контроля при подаче одиночного импульса достаточно трудно, то применяют многоимпульсное тепловое воздействие [46, 47, 99 – 102, 104, 118 – 119, 122, 146 – 151].

Известно большое количество методов НК, реализующих импульсное тепловое воздействие и отличающихся коротким временем измерений. Методы НК ТФС с применением линейного и плоского импульсных источников, расположенных на поверхности полуограниченного в тепловом отношении испытуемого образца, представлены в работах [53, 91 – 94, 122, 130, 131]. Широкое распространение при НК получили импульсные методы, использующие линейный [99 – 102, 104, 146 – 149, 261, 370, 400] и точечный нагреватели [146, 150, 151, 154].

Реализация методов многоимпульсного теплового воздействия влечет усложнение математических моделей, связанное с учетом релаксации в исследуемом образце каждого предшествующего теплового импульса. К недостаткам данной группы методов можно отнести то, что в них не учитывается распределение температуры во всем объеме исследуемого образца от предыдущего импульса, определение ТФС производится только по отдельным точкам термограмм. В современных методах намечается тенденция использования в расчетах большего числа точек температурной кривой, что позволяет повысить достоверность получаемых результатов. Достаточно четкие теоретические исследования адекватности исследуемых математических моделей реальным тепловым процессам для вышеперечисленных импульсных методов представлены в работах [101, 104, 147 – 149, 370, 388, 389, 400].

Тепловое воздействие постоянной мощности может быть объемным и поверхностным. Объемный источник генерирует теплоту внутри образца, поверхностный источник воздействует на одну из граней образца, создавая через нее постоянный тепловой поток. В теории теплопроводности задачи такого класса относятся к классу задач с граничными условиями второго рода и являются хорошо изученными [45 – 53]. В большинстве случаев для создания данного вида теплового воздействия, применительно к задачам НК ТФС, в качестве источника тепла используют, как правило, или плоский электрический нагреватель, или, в отдельных случаях, высокотемпературное тепловое излучение. Различные авторы достаточно активно используют в своих методах НК ТФС измерительные устройства, базирующиеся на исследовании круглого участка поверхности [47, 91 – 101, 103 – 115, 122, 129, 155 – 158, 169 – 180, 191 – 193, 294 – 299].

Постановка и решение двухмерной нестационарной задачи теплопроводности для полуограниченного тела, при подводе к нему тепла через тонкий плоский круг, приведены В.П. Козловым в работе [122]. Однако использовать данное решение в методах НК структурных переходов в ПМ затруднительно из-за сложностей чисто расчетного характера, которые трудно полностью исключить, даже применяя современные пакеты прикладных программ.

При переходе от двухмерной задачи к одномерной, например, при подводе тепла к полуограниченному телу через тонкий плоский круг, радиус которого стремится к бесконечности, получено решение [47, 53, 122]. Если в эксперименте на модели полуограниченного тела реализовать определенные граничные условия, то возможно использование этого решения в методах НК ТФС (при известных из опыта значениях температуры и плотности теплового потока). Однако НК структурных переходов в методах, представленных в работах [47, 53, 122], не рассматривается.

Метод НК ТФС [122] предполагает использование затабулированных функций или заранее составленных графиков.

В работах [158, 160] предложен сравнительный способ комплексного определения ТФС материалов без нарушения их целостности. Авторам в течение всего времени эксперимента необходимо было реализовать постоянство удельных тепловых потоков, поступающих в исследуемое тело и эталон.

Способы определения ТФС материалов [158, 160] весьма схожи с методом, разработанным В.В. Власовым и учениками [95, 96]. Однако данные методы не позволяют осуществлять НК структурных переходов в полимерных материалах.

В работе [98], посвященной методам НК ТФС массивных образцов, используется аппарат интегральных характеристик. Достоинствами данной группы методов является измерение температуры не в одной точке, а ее среднеинтегрального значения для поверхности круга, что существенно улучшает метрологические характеристики метода. В работе [98] также предложен многостадийный метод, для которого показана необходимость проведения серий идентичных измерений с целью повышения достоверности получаемых результатов.

В теплофизических измерениях, с точки зрения простоты расчетных соотношений и эксплуатационных возможностей, наибольший интерес представляют методы, позволяющие производить исследования на рабочих участках термограмм, где тепловой процесс проходит стадии регуляризации [101, 103 – 105]. Длительность и время появления таких участков связаны аналитическими зависимостями с ТФС нагреваемых образцов. Следует различать методы измерения ТФС, основанные на регулярном тепловом режиме, и методы, использующие регуляризацию тепловых оттоков в ограниченной локальной области исследуемого образца.

Анализ литературных источников показал, что наиболее точно учитываются как систематические, так и случайные погрешности в

методах, основанных на регулярном тепловом режиме [49, 50]. Лыковым А.В. было показано [53], что регулярные тепловые режимы первого и второго рода имеют общее свойство, которое характеризуется независимостью от времени отношения теплового потока в любой точке тела к потоку тепла на его поверхности. В частном случае, когда на поверхности образца действует источник тепла постоянной мощности, в теле возникает стационарное поле тепловых потоков.

Характерной особенностью методов измерения ТФС, основанных на регулярном тепловом режиме, является простота расчетных формул. Математическая модель, описывающая термограмму, чаще всего является линейной по параметрам или легко линеаризуется. Систематические погрешности учитываются в виде независимых от времени и простых по форме поправок. Однако основная часть этих методов базируется на моделях для тел конечных размеров (пластина, цилиндр, шар), в то время как большая часть методов НК базируется на моделях полупространства (плоского, цилиндрического, сферического). Можно показать, что вышеприведенное высказывание А.В. Лыкова применимо и для таких моделей. Однако в этом случае нужно говорить не о регулярном тепловом режиме для всего тела в целом (так как оно принимается неограниченным), а о регуляризации теплового процесса только для какой-то определенной области тела. Ход термограммы будет определяться, прежде всего, внутренними слоями исследуемого образца. Основными источниками систематических погрешностей в контактных неразрушающих методах контроля ТФС являются неучтенные процессы в области нагревателя и теплоприемников (термические сопротивления, теплоемкости и др.).

Таким образом, если проводить измерения, основываясь только на участках термограммы, соответствующих регуляризации теплового режима в области нагревателей и термоприемников, то:

 во-первых, расчетные соотношения будут простыми и во многих случаях линейными по параметрам;

– во-вторых, систематические погрешности будут либо значительно меньшими, чем случайные, либо будут носить постоянный характер, т.е. не будут зависеть от времени ($\Delta T_{cucr} = \text{const}$).

Появление новых методов, в основу которых положены рассмотренные выше подходы, обусловлено наличием новых быстродействующих, многофункциональных и недорогих измерительно-вычислительных микропроцессорных систем, способных реализовывать разработанные алгоритмы.

Среди известных методов исследования теплофизических свойств веществ в области фазовых превращений рассмотрим следующие [159 – 168]. Известен способ определения теплофизических свойств веществ в области фазовых переходов и устройство для его осуществления [159], предусматривающие монотонный нагрев образца из исследуемого материала в измерительной ячейке, создание колебательного теплового режима «нагрев–охлаждение» в области температуры фазового перехода, переход на первоначальные монотонный тепловой режим и скорость регистрации тепловых и электрических параметров. Создание колебательного режима, при котором температура исследуемого образца периодически возрастает и уменьшается в пределах температурной области фазового перехода, позволяет построить прецизионную кривую температурной зависимости свойства исследуемого вещества в области фазового перехода. Данный способ не является неразрушающим.

В способе контроля качества полимерных материалов, представленном в работе [160], наблюдение ведут за параметрами превращения материала, сопровождающегося изменениями теплоемкости. Измерения проводят на непрерывно движущихся протяженных образцах (лентах, трубках). Данный способ включает локальный подвод тепловой мощности к образцу, охлаждение образца вне зоны нагрева, регистрацию температуры образца на фиксированном расстоянии от источника тепла. От прототипа способ, представленный в работе [160], отличается тем, что, с целью повышения точности контроля за счет наблюдения за параметрами превращения материала, сопровождающегося изменениями теплоемкости, выбирают значение тепловой мощности, обеспечивающее нагрев образца выше температуры превращения. В процессе нагрева непрерывно регистрируют температуру образца вблизи зоны нагрева и разность температур образца в двух точках, разно удаленных от источника тепла, а о качестве материала судят по разности температур в зоне нагрева, соответствующих моментам скачкообразных изменений регистрируемой разности температур.

Согласно способам определения тепловых эффектов широкотемпературных необратимых процессов в материалах, описания которых представлены в работах [161, 162], образец нагревают в ячейке дифференциального сканирующего калориметра циклически до исходной температуры ниже начала превращения до нескольких последовательно возрастающих температур в интервале превращения. При достижении каждой из выбранных температур образец охлаждают до исходной температуры со скоростью не менее 5 К/с. Затем проводят нагрев продукта превращения во всем температурном интервале превращения. Величину теплового эффекта рассчитывают по снятым кривым дифференциальной тепловой мощности. Графически восстанавливают базовую линию пика теплового эффекта и рассчитывают его величину по площади этого пика. Данные способы являются разрушающими. Известен также способ определения температуры фазовых переходов в композиционных материалах на основе политетрафторэтилена [163] путем отжига в течение одного и того же времени при последовательно нарастающих температурах отжига. Отжиг прерывают охлаждением образцов до комнатной температуры. Измеряют зависимость диэлектрической проницаемости от температуры отжига, по которой определяют искомую величину.

Интересны способы определения типа фазового превращения в твердых сегнетоэлектрических кристаллах [164, 165]. Согласно описаниям данных способов исследователям следует проводить несколько последовательных измерений низкочастотных диэлектрических потерь с различными скоростями нагревания (или охлаждения) образца в окрестности точки фазового перехода. Для определения рода фазового перехода сравнивают величины пиков на кривых $tg \delta(T)$, снятых при разных скоростях нагрева или охлаждения. Если высоты пиков разнятся, то переход первого рода, а если не отличаются друг от друга – то второго рода.

Известен способ исследования фазовых переходов в веществе под воздействием на него механического давления [166], заключающийся в том, что исследуются фазовые переходы в зависимости от изменений в системе давление–температура. О моменте фазового перехода судят по изменению абсолютной температуры исследуемого вещества (например, относительно температуры плавления льда при атмосферном давлении), изменению его электрических свойств, теплопроводности, теплоемкости. С целью повышения точности фиксации момента изменения физического состояния и фазового состава исследуемого вещества в способе, представленном в работе [166], измеряют возникающий градиент температур между исследуемым веществом и эталоном при одинаковом одновременном воздействии на них давления и о протекании в исследуемом веществе фазовых переходов судят по величине градиента температур.

Известен способ определения температурных интервалов релаксационных переходов в полимерных материалах [167], заключающийся в том, что образец материала в виде пленки помещают в переменное электрическое поле, действующее перпендикулярно поверхности пленки, измеряют температурную зависимость электрического времени жизни, по которому судят о температурном интервале релаксационных переходов.

В способах [168, 169] реализован метод определения ТФС с использованием регулярного теплового режима второго рода на образцах в виде пластин. Известен способ неразрушающего контроля теплопроводности материалов [170], согласно которому искомую величину вычисляют при регуляризации теплового режима охлаждения после нагрева в результате импульсного выделения тепловой мощности в плоскости контакта поверхности покрытия со слоем материала с известной теплопроводностью. Момент регуляризации теплового режима устанавливается как начало постоянного значения темпа охлаждения *m*.

Темп охлаждения *m* определяется как

$$m = \frac{\ln \frac{T_K(\tau)}{T_K(\tau + \tau')}}{\tau'},$$

где τ' – интервал времени, используемый для вычисления *m*; T_K – температура контактной поверхности.

Данный способ реализован при создании в эксперименте одномерного температурного поля.

Способ определения теплофизических характеристик, представленный в работе [171], предусматривает термостатирование плоского образца между источником и стоком тепла. Создают несимметричное по толщине образца температурное поле за счет одностороннего подвода тепла последовательно при стационарном и нестационарном тепловых режимах, регистрируют перепад температур по толщине образца и тепловой поток, причем при нестационарном тепловом режиме перепад температур по толщине образца поддерживают равным ему при стационарном тепловом режиме. В данном способе производят непрерывное измерение перепада температур, скорости изменения температуры и плотности теплового потока на одной из поверхностей образца. В данном способе НК ТФС не осуществляется. По измерениям скорости изменения температуры в данном способе контролировать структурные превращения в ПМ не представляется возможным.

В способе неразрушающего определения теплопроводности материалов теплозащитных покрытий, представленном в работе [196], используется регулярная стадия теплового процесса в теплопроводящем диске известной теплоемкости. Описание автоматической установки для неразрушающего контроля теплопроводности материалов теплозащитных покрытий по способу [172] представлено в работе [173].

Теоретическая основа метода, реализуемого устройством, описание которого представлено в работе [174], заключается в использовании закономерности температурного поля системы эталон–исследуемый материал, в плоскости контакта которых действует локальный (в виде круга радиусом *R*) источник постоянной мощности. При значениях числа Фурье Fo > 1,5 характер изменения избыточной температу-

ры ΔT в месте контакта (в центре круга) в координатах ΔT , $\frac{1}{\sqrt{\tau}}$ (где

 τ – время) имеет линейный вид. Расчет ТФС производят по формулам, представленным в описании, в зависимости от значения $\Delta T_{\rm cr}$, которое получено пересечением упомянутой выше прямой с координатными осями. Аналогами данного изобретения были работы [175, 176].

В работах [178 – 180] определяют тепловую активность твердых тел неразрушающим способом. Измерительная схема (нагреватель– объект) приближена к теоретической модели полуограниченного тела. Однако данный способ не предназначен для НК характеристик структурных превращений в ПМ.

Для неразрушающего контроля теплоемкости и температуропроводности создан прибор [1], принцип действия которого основан на закономерностях изменения нестационарной теплопроводности при изотермическом нагреве образца массивным металлическим зондом. В эксперименте определяют либо поток тепла от зонда к изделию с помощью градиентного тепломера, либо малое изменение температуры зонда, контактирующего с образцом, при использовании энтальпийного тепломера. В обоих случаях регистрируют первоначальный перегрев зонда относительно изделия с помощью термопарного датчика. Конструктивно прибор состоит из двух блоков – термоизмерительного и электронного. Термоизмерительный блок расположен в корпусе, перемещающемся до соприкосновения зонда с объектом относительно трех игольчатых опор, накладываемых на объект (в этих же опорах смонтированы датчики перегрева зонда).

В ТГТУ создана серия методов и реализующих их средств для НК ТФС готовых изделий и массивных образцов из твердых полимерных материалов и неоднородных сред [98-102, 111, 112, 180, 261], в которых выполняются следующие условия: обеспечение контроля комплекса ТФС; исключение нарушения целостности исследуемого образца и осуществление теплового воздействия через небольшой участок поверхности образца; соблюдение у исследуемого образца или изделия таких размеров, которые обеспечивают адекватность математической модели метода реальному процессу нагрева исследуемого образца. Однако применение вышеперечисленных методов для неразрушающего контроля структурных превращений в полимерных материалах затруднительно, так как в них не учитывается возможность проявления в материалах релаксационных и фазовых переходов. Неразрушающих методов, позволяющих определять закон движения границы фазового перехода в полимерном материале при изменении температуры, в литературных и патентных источниках автором не найдено.
1.3.2. АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ УСТАНОВКИ, ПРИБОРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ СИСТЕМЫ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

Методы определения температурно-временных характеристик структурных переходов в ПМ необходимо рассматривать в единстве с реализующими их приборными средствами.

1.3.2.1. Теплофизическая измерительная аппаратура, выпускаемая промышленностью

Рассмотрим более подробно выпускаемую промышленностью теплофизическую измерительную аппаратуру для определения ТФС материалов и регистрации структурных переходов в ПМ [39 – 43, 46, 124 – 128, 181, 192, 195, 200, 201].

Дифференциальные сканирующие калориметры, выпускаемые фирмой «Perkin-Elmer», получили широкое распространение в научных исследованиях. Прибор DSC-2 является наиболее удачной и распространенной моделью этой фирмы [41 - 43]. Ячейки этого калориметра изготовлены из платины и имеют относительно малую массу, что позволяет получить интервал скоростей 0,3...320 К/мин и предельную рабочую температуру до 700 °С. Поток инертного газа, подаваемого в прибор, за счет конвекции обеспечивает интенсивный теплообмен между образцом и оболочкой калориметра, температуру которой можно поддерживать постоянной. Относительная погрешность измерения удельной теплоемкости и энтальпии составляет менее 7%.

Другая модель прибора, выпускаемого фирмой «Perkin-Elmer», DSC-4, по конструкции аналогична модели DSC-2. Калориметр DSC-4 снабжен микропроцессором, благодаря чему упрощаются проведение эксперимента и обработка данных. Интервал скоростей нагревания составляет 0,1...200 К/мин; уровень шума – 4 мкВт [43]. DSC-7 – более совершенная модель калориметров этой фирмы. В калориметре DSC-7 используются автоматическая настройка базовой линии и компьютерная обработка экспериментальных данных.

Промышленным изготовлением дифференциальных сканирующих калориметров занимаются также фирмы «Ригаку» (Япония) и «СЕА Гренобль» (Франция). В приборах фирмы «Ригаку» оболочка, в которую помещен образец, может линейно нагреваться со скоростью от 0,6 до 160 К/мин до температуры 800 °С. В приборе фирмы «СЕА Гренобль» теплообмен исследуемого вещества с оболочкой практически полностью исключен, так как эксперимент проводят при вакуумировании калориметрической системы. Нагревание элементов калориметрической системы происходит с одинаковой скоростью 0,5...6 К/мин. Интервал рабочих температур прибора от –198 до 320 °С.

Из отечественных приборов, выпускаемых серийно, наиболее распространены ДСМ-2М и ДАСМ, разработанные СКБ «Биоприбор». Интервал рабочих температур 0...100 °С; скорость нагревания 0,1...2 К/мин.

Приборы, работающие по методу ДТА, выпускаются фирмами Du Pont, Stone, Fisher, Mettler, Setaram и др. Приборы, работающие по методу ДТА, способны работать при боле высоких температурах, чем приборы ДСК. К примеру, нагреватели, применяемые в термоанализаторах фирмы Mettler, работают в интервале температур от –150 до 2400 °C. Выбор конструкции печи зависит от исследуемого интервала температур.

Характеристики отечественных приборов, предназначенных для определения ТФС твердых и сыпучих материалов, даны в работах [39 – 41, 46, 124 – 127, 255].

Изготовление промышленных теплофизических приборов, предназначенных для проведения массовых теплофизических измерений, началось с прибора ИТ- λ -400, разработанного в Ленинградском технологическом институте холодильной промышленности (ЛТИХП). Данный прибор предназначен для измерения теплопроводности в широком интервале температур. Институтом также создан ряд приборов, позволяющих проводить измерения теплофизических свойств твердых материалов, на основе базовой модели ИТ-400: ИТ- λ -400; ИТ-a-400; ИТС-400; ИТС-2; ИТЭМ-І [46, 255]. Данные приборы позволяют проводить измерения ТФС в области температур 0...400 °С в режиме непрерывного разогрева с погрешностями до 10%. Характерной особенностью этого оборудования является то, что оно рассчитано на обслуживание оператором с последующей обработкой информации. Из зарубежных аналогов следует отметить приборы, выпускаемые фирмой Showa Denko K.K (Япония). Приборы этой фирмы воплотили в себе новейшие достижения современной электроники, имеют высокую точность, сравнительно малый вес, надежны в эксплуатации. Приборы Shotherm QTM-D2 (Япония), Shotherm QTM-F1 (Япония), приборы модели TC-3000 японской фирмы Ulvac Corp., приборы фирмы Netzsch – Geratebau GmbH (ФРГ) предназначены для контроля только теплопроводности твердых материалов. Диапазон измерения теплопроводности до 25 Вт/(м·К), температурный диапазон 20...150 °С. Погрешность измерения составляет около 6%.

Все перечисленные приборы и установки позволяют определять ТФС материалов используя специально приготовленные образцы оп-

ределенных размеров. Выпускаемой отечественной промышленностью теплофизической измерительной аппаратуры для неразрушающего определения теплофизических свойств материалов, регистрации температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ, определения законов движения границ фазовых переходов не выявлено.

1.3.2.2. Автоматизированные установки и информационноизмерительные системы теплофизического контроля

Современный уровень развития электроники и вычислительной техники дает возможность создавать новые приборы и модернизировать уже существующие, позволяет автоматизировать процесс исследования быстропротекающих нестационарных тепловых процессов и, следовательно, существенно повысить производительность и надежность проводимых исследований [181, 255, 270, 310 – 317].

Измерительные системы – это совокупность функциональнообъединенных средств измерений, средств вычислительной техники и вспомогательных устройств, соединенных между собой каналами связи, предназначенных для выработки сигналов измерительной информации о физических величинах, свойственных данному объекту, в форме, удобной для автоматической обработки [194, 244, 279, 311 – 313, 326].

Автоматизированная система научных исследований (АСНИ) представляет собой аппаратно-программный комплекс на базе средств измерительно-вычислительной техники, предназначенный для экспериментального изучения объектов (процессов) исследования и построения их математических моделей [291, 310, 311]. Основные части АСНИ: научно-методическое обеспечение (методы, алгоритмы проведения эксперимента, обработка и представление обработанных данных); технические средства (ЭВМ, средства измерения, средства формирования сигналов управления, линии связи, средства представления результатов и др.); программные средства (системное, прикладное и программное обеспечения); информационное обеспечение (базы и банки данных, информационно-поисковые, справочные и обучающие системы, а также программные средства поддержки компьютерных сетей); метрологическое обеспечение (дополнительные аппаратные и программные средства, методические материалы, регламентирующие документы и инструкции, предназначенные для обеспечения метрологических характеристик системы, контроля за ними, аттестации и поверки измерительных и управляющих каналов); организационнометодическое и правовое обеспечения (методические материалы, инструкции для пользователя, документы, регламентирующие доступ к системе, порядок ее эксплуатации и др.) [291].

Важной разновидностью измерительных систем являются информационно-измерительные системы (ИИС), предназначенные для представления измерительной информации в виде, необходимом потребителю. По организации алгоритма функционирования различают ИИС:

- с заранее заданным алгоритмом работы;

 программируемые, алгоритмы работы которых меняются по заданной программе, составленной в соответствии с условиями функционирования;

– адаптивные, алгоритм работы которых, а в ряде случаев и структура, изменяются, приспосабливаясь к изменениям измеряемых величин и условий работы.

Важной разновидностью ИИС являются измерительно-вычислительные комплексы (ИВК) – функционально объединенная совокупность средств измерений, компьютеров и вспомогательных устройств, предназначенная для выполнения конкретной измерительной задачи. Основными признаками принадлежности средств измерений к ИВК являются: наличие процессора или компьютера; программное управление средствами измерений; наличие нормированных метрологических характеристик; блочно-модульная структура, состоящая из технической (аппаратной) и программной (алгоритмической) подсистем. ИИС, созданные в 60 – 70 гг. XX в., можно отнести к первому по-

ИИС, созданные в 60 – 70 гг. XX в., можно отнести к первому поколению таких систем. Они характеризуются централизованным циклическим получением информации и обработкой ее в основном с помощью входящих в состав ИИС специализированных вычислительных устройств, использованием в качестве элементной базы дискретной полупроводниковой техники. Дальнейшая обработка информации, при необходимости, в большинстве случаев производилась не ИИС, а универсальной ЭВМ, занятой обслуживанием и других источников информации.

Формации. ИИС второго поколения характеризуются сбором информации, обработкой информации с помощью ЭВМ, входящих в состав систем, и в меньшей степени – с помощью специализированных вычислительных устройств.

Введение ЭВМ в состав ИИС стало возможным после организации промышленного выпуска управляющих вычислительных машин и комплексов, а также малых ЭВМ с достаточными вычислительными и логическими возможностями, гибким программным управлением, приемлемыми габаритами и стоимостью.

Качественно новые возможности при проектировании, изготовлении и эксплуатации ИИС были получены при применении стандартных цифровых интерфейсов и функциональных промышленных блоков, совместимых между собой по информационным, метрологическим, энергетическим и конструктивным характеристикам. В третьем поколением ИИС более широкое применение получили системные измерительные преобразователи (голографические, телевизионные, рентгенографические и т.п.), позволяющие подобно рецепторным полям биологических анализаторов воспринимать поля исследуемых величин. Рассредоточение вычислительной мощности по различным уровням и блокам ИИС уменьшает потоки информации, сокращает общее время обработки, повышает надежность работы системы.

Основные конфигурации ИИС, наиболее часто применяемые при создании современных АСНИ, включают в себя следующие технические средства [291]:

– измерительно-управляющие платы (Plug-in Card) с использованием стандартных компьютерных шин;

– цифровые измерительные приборы (GPIB-приборы), основанные на применении приборного интерфейса;

 магистрально-модульные системы (ММС), использующие различные стандарты на интерфейсы, построенные по магистральномодульному принципу;

 локальные устройства ввода-вывода (УВВ), подключаемые к стандартным последовательным или параллельным интерфейсам ЭВМ;

– программируемые логические контроллеры (PLC), подключаемые к ЭВМ через стандартные промышленные сети.

Выделяют информационную, электрическую и конструктивную совместимость отдельных составных частей ИИС [291].

Основные принципы построения ИИС и их отдельных элементов и узлов – стандартизация и открытость.

Стандартизация большинства технических и программных решений, применяемых в современных ИИС, привела к главенству ряда стандартов на мировом рынке средств автоматизации [278 – 280].

Открытость системы обеспечивает гибкость ее архитектуры, доступ к любому элементу системы, возможность ее расширения и модификации, объединения с другими системами. Важно построить ИИС таким образом, чтобы были возможны ее быстрая перестройка, оперативное изменение характеристик, подключение новых блоков и устройств. Для реализации этих требований современные стандарты на ИИС строятся с учетом принципов модульности, магистральности, программной управляемости, избыточности [291].

Теплофизические измерения характеризуются большим объемом измерительной информации, высокой скоростью протекания тепловых процессов и сложностью управления ходом эксперимента. Поэтому одновременно с разработкой новых методов и средств контроля большое внимание начало уделяться уровню их автоматизации. Имеется значительное число разновидностей автоматизированных систем теплофизического контроля [93 – 112, 181, 194]. Основными классификационными признаками являются следующие: область применения системы и техническая база.

Как правило, современные ИИС выполнены многоканальными и позволяют определять комплекс свойств объектов контроля. Примером такой ИИС является система для анализа комплекса теплофизических свойств МТS-9000 японской фирмы Siko-Riko. Данная ИИС состоит из персонального компьютера и измерительных устройств: термогравиметра, калориметра, термомеханического анализатора, измерителя влажности полимерных материалов, термодилатометра. ИИС позволяет определять комплекс свойств полимерных материалов: теплоемкость, механические характеристики, влажность, температурные коэффициенты объемного и линейного расширения (сжатия).

В последнее время в ТГТУ были созданы приборы неразрушающего контроля ТФС твердых и сыпучих теплозащитных материалов серии «Термис» и «Темп», основанные на импульсном экспресс-методе неразрушающего контроля ТФС массивных образцов [99, 100, 102].

В 1999 г. разработана ИИС для неразрушающего контроля ТФС и ряда физико-механических свойств композиционных материалов [101]. Данная ИИС не предназначалась для НК структурных переходов в ПМ.

В 2001 г. создана ИИС «Термоанализатор» многостадийного неразрушающего контроля теплофизических свойств твердых теплоизоляционных материалов [98]. Конструкцией и программным обеспечением ИИС предусмотрены возможности фиксировать термограммы как на стадии нагрева, так и на стадии остывания после отключения нагревателя. Из-за многостадийности метода, реализуемого ИИС, регистрация структурных переходов в полимерных материалах не может быть осуществлена.

В 2006 г. в Тамбовском государственном техническом университете создана интеллектуальная информационно-измерительная система (ИИИС) неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов. Данная ИИИС не предназначалась для НК структурных переходов в полимерных материалах.

Таким образом, дальнейшие исследования целесообразно направлять на создание таких методов и ИИС, которые позволяют в ходе одного краткосрочного эксперимента осуществлять неразрушающий контроль теплофизических характеристик, фиксировать температурные характеристики структурных переходов в полимерных материалах, определять законы движения границ фазовых переходов в ПМ. Последнее необходимо для математического моделирования ряда процессов, связанных с высокими технологиями.

1.4. СОВРЕМЕННЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РЕШЕНИЯ КРАЕВЫХ ЗАДАЧ НЕСТАЦИОНАРНОЙ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ В ОБЛАСТЯХ С ДВИЖУЩИМИСЯ ГРАНИЦАМИ

Современные производственные процессы промышленной теплофизики, связанные с высокими технологиями, такими, как разработка тепловой защиты летательных аппаратов, упрочнение материалов методами химико-термической обработки, различные виды плавки и кристаллизации, эксплуатация ответственных изделий из полимерных материалов, и многими другими, потребовали достаточно точного математического моделирования [15, 53, 145, 202 – 236, 266, 283 – 293].

Известно, что различные физические процессы релаксации влияют на скорость механизма разрушения, а следовательно на долговечность и прочность конкретных изделий из полимерных материалов [5-12, 15-31, 33-36]. Особенно сильно взаимосвязь процессов разрушения и релаксации проявляется в смесях пластмасс с эластомерами [6, 16, 26]. К таким физическим процессам релаксации относятся β -, α -процессы и другие, температурные характеристики которых необходимо знать при эксплуатации конкретных изделий из ПМ. Скачки прочности при конкретных температурой хрупкости и др., необходимо прогнозировать, знать и учитывать при эксплуатации изделий из ПМ.

Исследование твердофазных переходов в поливинилиденфториде (ПВДФ) и сополимерах винилиденфторида (ВДФ) и трифторэтилена (ТФЭ) необходимы, так как эти ПМ используют в качестве пьезоэлектриков. Твердофазный переход в этом случае отвечает точке Кюри – переходу от пьезо- к параэлектрику [9, 10].

Переработка и эксплуатация изделий из кристаллических ПМ невозможна без предварительных исследований применяемых составов. Например, при кристаллизации из расплава полипропилена (ПП) с очень малым содержанием зародышеобразующего агента степень кристалличности не изменяется, но относительное содержание псевдогексагональной фазы редко возрастает. Применение закалки изделий из ПП, полученных из расплава, способствует также образованию менее упорядоченной смектической (паракристаллической) фазы в изотактическом полипропилене [9].

Классические линейные задачи нестационарной теплопроводности для областей канонического типа и стандартных граничных условий могут быть решены с помощью хорошо разработанных аналитических методов, дающих точное решение задачи [15, 47, 53, 134, 116 – 122, 134, 135, 145, 146, 148]. Введение же дополнительных факторов в постановку краевой задачи даже линейного типа (например, усложнение формы тела, движение границы области; временная или пространственная зависимость теплофизических характеристик среды и т.д.) приводит к необходимости разработки специального математического аппарата, который, как правило, дает приближенное решение задачи и оказывается эффективным для получения точного решения задачи только в определенной ситуации [202 – 224, 227 – 236, 283 – 293].

Аналитические методы теории нестационарного переноса позволяют получать решение большого числа краевых задач. Результаты таких решений дают возможность наглядного и удобного анализа явлений, позволяют отразить влияние всех факторов, оценить их значимость и выделить главные из них. Наличие аналитических решений определенного класса краевых задач представляет интерес и для построения разностных схем приближенного вычисления решений достаточно сложных задач и плохо поддающихся исследованию другими методами. Уверенность в том, что решение вычислено правильно, достигается применением той же вычислительной схемы для расчета тех модельных задач, точные аналитические решения которых заранее известны.

Рассмотрим процессы нестационарного переноса [145], описываемые уравнением вида

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} = a\Delta T(M,\tau) - b^2 T(M,\tau) + \vec{\psi} \cdot \operatorname{grad} T(M,\tau) + \frac{1}{c\rho} F(M,\tau)$$

где Δ – оператор Лапласа по координатам точки M, $b^2 = \text{const}$, $\vec{\Psi}$ – вектор скорости движущейся границы, $\vec{\Psi} = \Psi_1 \vec{i} + \Psi_2 \vec{j} + \Psi_3 \vec{k}$, \vec{i} , \vec{j} , \vec{k} – единичные векторы, ($\Psi_i = \text{const}$, i = 1, 2, 3).

При использовании метода произведения решений для многомерной области, можно ограничиться одномерным случаем:

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} = a \frac{1}{x^n} \frac{\partial}{\partial x} \left(x^n \frac{\partial T}{\partial \tau} \right) + \frac{1}{c\rho} F(x, \tau) , (n = 0, 1, 2), \qquad (1.1)$$

в нецилиндрической области $\vartheta_{\tau} = \{(x, \tau) : x \in [0, \xi(\tau)); x \in (\xi(\tau), \infty); x \in [\xi_1(\tau), \xi_2(\tau)], \tau \ge 0\}$, где все $\xi(\tau)$ – непрерывно дифференцируемые функции, заданные в классических задачах переноса для уравнений параболического типа или подлежащие нахождению в задачах Стефана и более сложных типа Стефана для уравнения теплопроводности со свободной границей.

Качественной теории краевых задач для линейных уравнений и квазилинейных указанного выше типа, касающейся теорем существо-

вания и единственности решений, принципа максимума, априорных оценок, асимптотического поведения решений и т.д., посвящены многочисленные публикации [47, 145, 204, 206, 215, 228]. Там же приведена обширная библиография публикаций (отечественных и зарубежных), посвященных нахождению аналитических решений соответствующих краевых задач для уравнения в нецилиндрических областях, включая многослойные области с подвижными границами, а также сингулярно возмущенные краевые задачи нестационарного переноса в областях сложной формы. Фактически речь идет об обобщении «метода отражений» («изображений»), допускающего перенос на более сложные случаи: системы параболического и гиперболического уравнений; задачи Стефана и типа Стефана; задачи с несколькими малыми параметрами и т.д. Заслуживают также внимания работы по геометрооптическому асимптотическому методу решения линейных и нелинейных сингулярно возмущенных задач нестационарного переноса в многослойных средах с дефектами типа трещин (нецилиндрические области), включающие литературу по термомеханике в областях с движущимися границами [15, 145, 205, 206, 292].

Что касается нахождения точных аналитических решений краевых задач для уравнения (1.1) в ϑ_{τ} , то ситуация здесь менее благополучная.

Фактически изучены области $\xi(\tau) = l + \psi \tau$ $(l, \psi = \text{const})$, $\xi(\tau) = \beta \sqrt{\tau}$ $(\beta = \text{const})$, $\xi(\tau) = \alpha_1 \tau^2 + \alpha_2 \tau + \alpha_3$ $(\alpha_i = \text{const})$, отдельные частные случаи для указанного однородного уравнения при постоянных значениях краевых функций или функций, допускающих автомодельные решения, приведены в [145, 292], причем, в основном, это касается декартовой системы координат, цилиндрических и сферических координат в условиях симметрии (радиальный случай). Перечисленные ниже аналитические подходы дают возможность существенно уменьшить указанный пробел в аналитической теории нестационарного переноса.

1) Метод функций Грина развит в основном для ϑ_{τ} с $\xi(\tau) = l + \psi \tau$. Всякий случай нахождения функции Грина весьма важен, так как позволяет записать интегральное представление решения задачи через неоднородности в исходной постановке [145, 287, 289].

2) Модифицированный метод тепловых потенциалов применяется при построении функции Грина в ϑ_{τ} для $\xi(\tau) = l + \psi \tau$, но может быть использован и при решении исходной задачи. Операционная форма исходного потенциала устанавливает вид неизвестной плотно-

сти в пространстве изображений по Лапласу, что приводит, в конечном счете, к решениям в новой аналитической форме [145, 228, 263, 266].

3) Метод контурного интегрирования обобщает классические интегральные преобразования на нецилиндрические области $[0,\xi(\tau)]$, $\tau \ge 0$ вырожденного и невырожденного видов для классических задач, задач Стефана и типа Стефана. Метод приводит к аналитическим решениям в новых функциональных формах [145, 266].

4) Метод функциональных преобразований, основанный на введении подвижной системы координат, в которой исходная краевая задача допускает применение классических подходов для широкого класса законов движения границы, включая области, изменяющиеся с сохранением и без сохранения подобия в одно-, двух- и трехмерных случаях [145, 227, 228, 266].

5) Метод дифференциальных рядов для области $x \in [0, \xi(\tau)], \tau \ge 0$ особенно эффективен при рассмотрении обратных задач Стефана для области невырожденного типа. Метод основан на использовании функционального ряда, общий член которого содержит производные любого порядка от краевых функций задачи и закона движения границы. Следует отметить, что установление скорости сходимости такого рода рядов – открытая проблема указанного подхода [145, 266].

С математической точки зрения краевые задачи теплопроводности в области с движущейся границей принципиально отличны от классических задач теплопроводности. Вследствие зависимости характеризующего размера области переноса теплоты от времени к этому типу задач в общем случае не применимы классические методы разделения переменных и интегральных преобразований Фурье, так как, оставаясь в рамках классических методов математической физики, не удается согласовать решение уравнение теплопроводности с движением границы области теплопереноса. Попытки осуществить такое согласование приводили уравнение теплопроводности в конечном счете к бесконечной системе совокупных дифференциальных уравнений 1-го порядка с заданными начальными условиями, что представляло определенное неудобство в числовой реализации полученных решений, хотя сама идея разложения искомых обобщенных температурных функций в ряды типа Фурье по некоторым системам «мгновенных» собственных функций соответствующих решений классических температурных задач представляла несомненный теоретический интерес и вскоре была эффективно использована при решении обобщенной задачи Стефана о промерзании жидкости [145, 213 – 224, 227 – 236, 288 – 290, 306].

Решение этой проблемы до последнего времени шло, повидимому, следующим образом. С одной стороны, точные решения

задач подобного типа удавалось получить с помощью удачных догадок, искусственных приемов, причем для весьма ограниченного числа случаев движения границы (линейного или параболического) и для частного вида граничных условий (постоянных и I рода). С другой стороны, на этих задачах при весьма их общей постановке отрабатывались классические методы решения дифференциальных уравнений математической физики (и их модификации). Среди них: метод тепловых потенциалов, метод контурного интегрирования, метод продолжений, разложение искомой функции в ряд, метод «мгновенных» собственных функций Гринберга, а также методы, основанные на использовании интегральных, итегродифференциальных или обыкновенных дифференциальных уравнений, методы асимптотические и численные. При этом точные решения аналитическим путем удалось получить лишь для простейших законов движения границы, а именно для равномерного и параболического (но для достаточно широкого класса краевых функций задачи). Объясним и тот факт, что для решения в общем одного и того же класса тепловых задач применялись различные подходы. Это произошло, главным образом, по двум причинам. Во-первых, применение известного аналитического метода к решению нового класса задач означало дальнейшее развитие этого метода в новых условиях. Так, например, был усовершенствован метод тепловых потенциалов при решении краевых задач теплопроводности обобщенного типа в области с равномерно движущейся границей. Во-вторых, решение одной и той же тепловой задачи можно искать в различных классах функций. Эти функции должны достаточно легко определяться и обеспечивать сходимость процесса настолько хорошо, чтобы можно было сделать требуемые в задачи заключения об интегральных или дифференциальных свойствах полученного решения.

Представление одного и того же аналитического решения в различных эквивалентных функциональных формах (тождественных в смысле числа) имеет большую практическую ценность, так как позволяет варьировать решением в зависимости от постановки задачи, например, представление функции Грина первой краевой задачи для стержня в форме ряда Фурье, удобной для больших времен, или в виде формулы суммирования Пауссона, более подходящей для малых времен.

Всякие попытки до последнего времени получить аналитическим путем точное решение краевой задачи обобщенного типа в области с границей, движущейся по произвольному закону, приводили к системе интегральных уравнений Вольтера II рода (или интегродифференциальных), разрешить которую не удалось вследствие сложности ядер уравнения системы. Устанавливались лишь качественные результаты для такого рода системы, доказывались существование решения и его единственность.

Решение этой проблемы значительно продвинулось вперед в 1970-х гг. после выхода в свет серии фундаментальных работ чл.-корр. АН СССР Г.А. Гринберга с сотрудниками [223, 224]. Было получено функциональное преобразование, приводящее краевую задачу теплопроводности общего типа в подвижную систему координат, в которой преобразованное уравнение теплопроводности допускало точное решение классическим методом разделения переменных для весьма широкого класса новых законов движения границы при соответствующих граничных условиях.

В дальнейшем было получено точное решение первой обобщенной краевой задачи в конечной области с границей, движущейся по произвольному закону в декартовой, цилиндрической и сферической (радиальный случай) системах координат. Для полуограниченной области точное решение удалось получить при любом виде граничных условий, включая и случай произвольной зависимости коэффициента внешнего теплообмена от времени в законе Ньютона на границе, движущейся также по произвольному (своему) закону [145, 266].

К этому следует добавить, что решение второй и третьей краевых задач обобщенного вида во многих случаях приводится, в конечном счете, к классическим задачам, но с переменным во времени коэффициентом в граничном условии III рода [145, 266].

Таким образом, задачи указанного класса являются одними из наиболее сложных не только в теории теплопроводности, но и в математической физике, так как решение задачи ищется в области, граница которой движется по закону, который неизвестен (задачи стефановского типа). Закон движения границы подлежит определению самосогласованным с искомым температурным полем способом из дополнительного физического условия, задаваемого на движущейся межфазной границе (МГ). Поэтому при решении задач стефановского типа, в общем случае, не применимы классические методы математической физики, так как при этом не удается согласовать решение уравнения теплопроводности с изменением во времени области теплопереноса.

Указанное обстоятельство обусловило разработку различных специальных аналитических методов решения задач стефановского типа [145, 213 – 220, 223 – 224, 266], позволяющих найти приближенные аналитические выражения для закона движения МГ и температурного поля.

Таким образом, аналитические выражения для температурного поля даже для конкретных, известных законов движения МГ [145, 266]

приближенные, имеют весьма сложный вид и поэтому их использование в методе неразрушающего экспресс-контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах весьма затруднительно.

Выводы

По результатам проведенного анализа литературных и патентных источников информации можно сделать следующие выводы:

1. Для НК температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах перспективными являются методы и средства, основанные на определении параметров нестационарного теплопереноса на начальной стадии его развития.

2. Указанные методы и средства должны реализовываться на базе современной микропроцессорной техники с использованием метода агрегатно-модульного построения из сравнительно ограниченного набора унифицированных, конструктивно законченных узлов и блоков. При построении агрегатных систем должны быть решены задачи совместимости и сопряжения блоков, как между собой, так и с внешними устройствами посредством стандартных интерфейсов.

3. При НК тепловое воздействие на исследуемое изделие обычно осуществляется через небольшой участок его поверхности, где создается многомерное температурное поле. При разработке тепловых методов НК ТФС необходимо будет решать соответствующие краевые задачи теплопроводности. Основываясь на возможностях практической реализации и простого математического описания теплового процесса в объекте контроля, был выбран плоский круглый источник тепла.

4. Использование при НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ не отдельных точек, а характерных участков нескольких экспериментальных термограмм, полученных в одной реализации эксперимента, позволит максимально использовать информацию, получаемую при измерениях, что определенно повысит точность и надежность разрабатываемых методов.

5. Применение многомодельного подхода к анализу и аналитическому описанию тепловой системы, когда в определенные температурно-временные интервалы измерений теплоперенос описывается соответствующими математическими моделями (при регуляризации тепловых потоков в области нагревателя и ТП), позволит осуществлять самоконтроль работы ИИС, повысить воспроизводимость, а значит и надежность разрабатываемых методов НК структурных превращений в ПМ.

Глава 2

ОСНОВЫ ТЕОРИИ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ ТЕПЛОВЫХ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ



Рис. 2.1. Схема измерительного процесса: Н – нагреватель; ТП – термоприемник; ИЗ – измерительный зонд Создание новых оперативных неразрушающих методов ТА, дающих возможность определять температурно-временные характеристики структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе по аномалиям теплофизических свойств при изменении температуры объекта исследования, является актуальной задачей.

Известно, что в случае неразрушающего теплофизического контроля активными тепловыми методами искомые ТФС твердых материалов про-

являются через температурный отклик ($\tilde{T}(\tau)$) исследуемого изделия на тепловое воздействие (q), которому оно подвергается в специально организованном эксперименте (рис. 2.1) [1, 46, 100, 104, 121, 176, 192, 195, 201].

Рассмотрим некоторые подходы к обработке экспериментальных данных при НК температурозависимых ТФС твердых материалов зондовыми методами.

2.1. ИЗВЕСТНЫЕ ПОДХОДЫ К ОБРАБОТКЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ ПРИ НЕРАЗРУШАЮЩЕМ КОНТРОЛЕ ТЕМПЕРАТУРОЗАВИСИМЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

В настоящее время для обработки данных эксперимента при НК ТФС материалов тепловыми методами в основном применяются два подхода. Первый предполагает получение и использование эмпирических зависимостей на основе проведения большого числа экспериментов во всем диапазоне контролируемых свойств и материалов. Достоинством данного подхода является простота математического обеспечения измерительных систем, а, следовательно, возможность их реализации дешевыми техническими средствами. Существенный недостаток данных методов НК – достаточную точность определения ТФС можно обеспечить лишь для узкого класса материалов. Данный подход также не позволяет реализовать НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ.

Второй подход предусматривает использование математических моделей, получаемых решением классических задач теплопроводности. Достоинством таких методов НК ТФС является достаточно высокая точность в широком диапазоне исследуемых свойств. Однако, несмотря на относительно точное и, вместе с тем, громоздкое математическое описание динамики тепловой системы, оно все равно не может учесть всех индивидуальных особенностей конкретных процессов измерения. Более того, сопоставление расчетных и экспериментальных термограмм показывает невозможность их точного совпадения на всем временном интервале. Эти обстоятельства не позволяют гарантировать для методов второго подхода отсутствие значительных погрешностей определения ТФС во всем диапазоне измерения, а следовательно, данные методы не позволяют реализовать НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ.

Процессы нестационарного переноса для одномерного случая описываются уравнением вида:

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} = a \frac{1}{x^n} \frac{\partial}{\partial x} \left(x^n \frac{\partial T}{\partial \tau} \right) + \frac{1}{c\rho} F(x, \tau),$$

в нецилиндрической области $\vartheta_{\tau} = \{(x, \tau) : x \in [0, \xi(\tau)]; x \in [\xi(\tau), \infty]; x \in [\xi_1(\tau), \xi_2(\tau)], \tau \ge 0\}$, где n = 0, 1, 2; все $\xi(\tau)$ – непрерывно дифференцируемые функции, заданные в классических задачах переноса для уравнений параболического типа или подлежащие нахождению в задачах Стефана и более сложных типа Стефана для уравнения теплопроводности со свободной границей.

Качественной теории краевых задач для подобных линейных и квазилинейных уравнений в ϑ_{τ} , касающейся теорем существования и единственности решений, принципа максимума, априорных оценок, асимптотического поведения решений и т.д., посвящены многочисленные публикации. Что касается нахождения точных аналитических решений краевых задач для этих уравнений в ϑ_{τ} , то ситуация здесь менее благополучная.

Таким образом, задачи указанного класса являются одними из наиболее сложных не только в теории теплопроводности, но и в математической физике, так как решение задачи ищется в области, граница которой движется по закону, который неизвестен (задачи стефановского типа). Закон движения границы подлежит определению самосогласованным с искомым температурным полем способом из дополнительного физического условия, задаваемого на движущейся межфазной границе (МГ). Поэтому при решении задач стефановского типа, в общем случае, не применимы классические методы математической физики, так как при этом не удается согласовать решение уравнения теплопроводности с изменением во времени области теплопереноса [145, 224, 227, 228, 232].

Аналитические выражения даже для конкретных, известных законов движения МГ приближенные, имеют весьма сложный вид и поэтому их использование в методе неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений, сопровождающихся тепловыми эффектами, в различных полимерных материалах весьма затруднительно.

Теплофизические многомодельные методы НК ТФС [422], позволяющие использовать достоинства и уменьшить недостатки обоих упомянутых подходов, представлены в ряде работ, выполненных в Тамбовском государственном техническом университете [101, 104, 352, 358 – 360, 369, 370, 381, 382, 388, 389, 391, 392, 394, 400].

2.2. ИСХОДНЫЕ ПРЕДПОСЫЛКИ ПРИМЕНЕНИЯ ТЕОРИИ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ ТЕПЛОВЫХ МЕТОДОВ ПРИ НЕРАЗРУШАЮЩЕМ КОНТРОЛЕ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ

Согласно принципу моделируемости теории систем, включающему постулат многообразия моделей, сложная система может быть представлена конечным множеством моделей, которые различаются используемыми математическими зависимостями и физическими закономерностями.

Анализ процессов измерения, их моделей и источников погрешности показывает, что в пределах временно́го интервала измерения в тепловой системе могут происходить существенные изменения, которые не позволяют описывать весь процесс измерения одной математической моделью с неизменными ограничениями и условиями (рис. 2.2). Неучет данного обстоятельства ведет к существенному увеличению погрешности при определении ТФС неразрушающими методами [391, 392, 394, 400].





расчетные $T(\tau/h_1)$, $T(\tau/h_2)$, $T(\tau/h_3)$ термограммы:

 h_1, h_2, h_3 – обозначают, что расчетные уравнения имеют различный функциональный вид, так как тепловая система находится в различных состояниях функционирования; τ_0, τ_{κ} – время начала и конца измерения;

 $\tau_{\mbox{\scriptsize откл}}$ – время отключения нагревателя и начала стадии остывания

Основными источниками погрешности для ИИС и мобильных приборов, реализующих тепловые методы НК ТФС, являются следующие причины:

 не соблюдается условие соответствия тепловой системы одной из классических моделей процесса теплопереноса;

 не выполняется допущение относительно постоянства плотности теплового потока от нагревателя;

 не выполняются условия о направлении теплового потока вследствие конечных размеров нагревателя;

 не соблюдается предположение об адекватности математической модели реальному процессу теплопереноса.

Если на временном интервале процесса измерения могут изменяться вид основного уравнения теплопроводности или граничные условия, то данную тепловую систему нельзя рассматривать как систему, которая весь период измерения находится в одном состоянии функционирования h, т.е. при неизменном основном уравнении (операторе) и граничных условиях.



Рассмотрим ИЗ и исследуемое тело с позиции динамической системы. Выделим следующие основные переменные системы (рис. 2.3): вектор входа q, характеризующий тепловое воздействие; вектор переменных состояния z, в качестве которого рассматриваются значения температур в характерных точках системы; вектор выхода y – значения температур T в точках контроля.

При смене условий (режимов), определяющих характер изменения переменных состояния z, будем говорить, что тепловая система переходит из одного состояния функционирования h_i в другое h_{i+1} . Тогда, все возможные состояния h_i , i = 1, 2, ... тепловой системы – множество состояний функционирования (МСФ) \mathcal{H} [358, 391, 392, 370, 395, 400].

Основу математической модели M_h в состоянии функционирования h составляют:

1) дифференциальное уравнение теплопроводности (ДУТ), например,

$$\frac{\partial T(\overline{x},\tau)}{\partial \tau} = a \nabla^2 T(\overline{x},\tau);$$

- 2) начальные условия (НУ), например, $T(\overline{x}, 0) = f(\overline{x})$;
- 3) граничные условия (ГУ), например,

$$\lambda \frac{\partial T(\overline{x}, \tau)}{\partial n}\Big|_{\Pi} + \alpha(\overline{x}_{\Pi}, T_{\Pi}, \tau) (T_{\Pi} - T_{\rm cp}(\overline{x}_{\Pi}, \tau)) + q_{\Pi}(\overline{x}_{\Pi}, \tau) = 0.$$

Здесь $T(\bar{x}, \tau)$ – температура тела при значении \bar{x} – вектора пространственных координат в момент времени τ ; T_{π} – температура поверхности тела; $T_{\rm cp}$ – температура внешней среды; \bar{x}_{π} – координаты поверхности тела; a, λ, α – коэффициенты температуропроводности, теплопроводности и теплоотдачи, соответственно; ∇^2 – оператор Лапласа; $q_{\rm n}$ – удельная поверхностная мощность от действия внешнего источника тепла.

Множество таких моделей для всех $h \in \mathcal{H}$ образует модель на МСФ – $\mathcal{M}_{\mathcal{H}}$.

Мощность множества состояний функционирования \mathcal{H} системы и характер изменения значений переменной z в основном будут определяться:

а) размерностями пространственной координаты \overline{x} ;

б) видами граничных условий (образец неограниченный, образец ограниченный);

в) стадиями процесса (начальная, регулярная, стационарная).

Исходные предпосылки, основные положения, утверждения, определения и процедуры для использования многомодельного подхода к НК температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах сформулированы далее в разделе 2.3 данной главы.

2.3. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ ТЕПЛОВЫХ МЕТОДОВ

Исходные предпосылки для использования многомодельного подхода к НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ:

а) состояния функционирования ИИС в ходе эксперимента претерпевают изменения, т.е. не остаются постоянными ДУТ, НУ, ГУ [370, 400];

б) применительно к полученным термограммам можно выделить (идентифицировать) два вида участков: участки, на которых наблюдается хорошее совпадение экспериментальных и расчетных значений температуры (вне области структурного превращения), и участки, для которых построение точных математических моделей вызывает большие теоретические трудности. Участки первого вида назовем «рабочими», а второго – «переходными» [184];

в) за одну реализацию эксперимента появляется возможность определить ряд ТФС исследуемого объекта с использованием различных математических моделей, адекватно отражающих реальный теплоперенос в определенные интервалы времени [422];

г) при нагреве и остывании системы структурные превращения в ПМ, сопровождающиеся тепловыми эффектами, проявляются на различных участках экспериментальных термограмм и могут быть выявлены по отклонениям от аналитических моделей [395].

В основе многомодельных тепловых методов лежат следующие положения [370, 400]:

1. На термограмме имеются участки, для которых обеспечивается высокая точность совпадения с результатами вычислительных экспериментов по математическим моделям. Этим участкам соответствуют тепловые режимы опыта, соответствующие стадии локальной регуляризации тепловых потоков.

2. Участки термограмм с совпадающими экспериментальными и рассчитанными по моделям данными имеют место для всего класса исследуемых материалов.

3. Для участков существуют удобные вычислительные соотношения, позволяющие однозначно определить значения ТФС в зависимости от параметров математической модели, описывающей термограмму на данном временном интервале вне области структурного превращения.

ТФС ПМ при изменении температуры на 10...20 °С вне зоны структурного превращения изменяются несущественно по сравнению с аномалиями ТФС при структурном переходе. При нагреве и остывании системы структурные переходы в ПМ, сопровождающиеся тепловыми эффектами, проявляются на экспериментальных термограммах и могут быть выявлены по аномалиям на температурных зависимостях ТФС.

Так как методы определения ТФС и НК температурно-временных характеристик структурных превращений не предполагают идентификацию всего температурного поля, а требуемые параметры определяются по значениям $x(\cdot) = (x(\tau), \tau \in [\tau_0, \tau_\kappa])$ и $y(\cdot, \overline{x}) = (y(\tau, \overline{x}), \tau \in [\tau_0, \tau_\kappa])$, то аналитическая модель может быть представлена одним оператором, ставящим в соответствие значениям $z(\tau_0)$ и $x(\cdot)$ выход $y(\tau, \overline{x}), \tau > \tau_0$

$$\varphi: T \times T \times \overline{X} \times Z \times X_{(.)} \to Y$$

или

$$y(\tau) = \varphi(x(\cdot), z(\tau_0)),$$

здесь $T, \overline{X}, Z, X_{(\cdot)}, Y$ – множества, соответственно, значений $\tau, (\tau_0), \overline{x}, z(\tau_0), x(\cdot), y$.

О п р е д е л е н и е 1. Будем говорить, что ИИС на временном интервале $[\tau', \tau'']$ находится в одном состоянии функционирования (или операторном состоянии) *h*, если на этом интервале времени процесс измерения адекватно описывается одним (известным) оператором и соблюдаются необходимые ограничения и условия. Модель процесса измерения в состоянии h обозначим M_h . Система выходит из состояния h, когда модель M_h перестает быть адекватной реальному процессу измерения. Состояние функционирования h будем называть четким или однородным. Все четкие состояния h, в которых может находиться ИИС на временных интервалах измерения, образуют подмножество однородных состояний H_0 .

Наряду с $H_{\rm o}$ вводится подмножество нечетких состояний функционирования.

О пределение 2. ИИС на временном интервале $[\tau'', \tau''']$ находится в нечетком (или переходном) состоянии функционирования \tilde{h} , если описание процесса измерения на этом интервале одним известным оператором с соответствующими условиями и ограничениями можно признать лишь приближенно, с некоторой степенью уверенности. В состоянии \tilde{h} процесс может быть представлен суперпозицией (взвешенной суммой) различных операторов, при этом «веса» этих операторов не остаются постоянными.

Например, модель в нечетком состоянии \tilde{h} в момент времени τ может быть записана в виде

$$M_{\widetilde{h}} = m(\tau) M_{h_i} + (1 - m(\tau)) M_{h_j}, \quad \tau \in [\tau'', \tau'''],$$

где M_{h_i} , M_{h_j} – модели в четких состояниях h_i и h_j ; $m(\tau)$ – весовой коэффициент, изменяющийся во времени.

Нечетким состояниям \tilde{h} соответствуют функции принадлежности, характеризующие степень уверенности в том, что вместо модели $M_{\tilde{h}}$ можно использовать одну из моделей четкого состояния M_{h_i} . Все нечеткие состояния \tilde{h} , которые могут иметь место для ИИС на временны́х интервалах измерения, образуют подмножество переходных состояний \tilde{H}_n .

Множество нечетких состояний \tilde{H}_{n} обусловлено наличием временно́го интервала выхода ИИС на рабочий режим, влиянием краевых эффектов, проявлением структурных превращений и т.п.

О пределение 3. Общее множество состояний функционирования \mathcal{H} для ИИС представляет собой объединение подмножеств четких H_0 и переходных \tilde{H}_{Π} состояний, т. е. $\mathcal{H} = H_0 \bigcup \tilde{H}_{\Pi}$.

О пределение 4. Модель процесса измерения $\mathcal{M}_{\mathcal{H}}$ на множестве состояний функционирования \mathcal{H} образуется совокупностями моделей $\{M_h, h \in H_o\}$ и $\{M_{\tilde{h}}, \tilde{h} \in \tilde{H}_n\}$, т. е. $\mathcal{M}_{\mathcal{H}} = \{M_h, h \in \mathcal{H}, \mathcal{H} = H_o \bigcup \tilde{H}_n\}$.

Из состояний $h \in H_0$ и $\tilde{h} \in \tilde{H}_n$ можно построить траекторию $h(\cdot)$ изменения состояний функционирования тепловой системы на временном интервале измерения, например,

$$h(\cdot) = \left(\widetilde{h}_1(\tau), \ \tau \in [\tau_0, \ \tau_1); \ h_2(\tau), \ \tau \in [\tau_1, \ \tau_2); \ \widetilde{h}_3(\tau), \ \tau \in [\tau_2, \ \tau_3); \ldots\right).$$

О пределение 5. Траектория $h(\cdot)$, в которой происходит чередование состояний $\tilde{h} \in \tilde{H}_{n}$ и $h \in H_{o}$, будем называть типовой, а ее запись типовой формой.

В зависимости от степени определенности факторы, вызывающие изменения состояний функционирования, можно разбить на две группы. Факторы первой группы вызывают предсказуемые изменения h или \tilde{h} , связанные с особенностями протекания процесса измерения, например, отклонением размеров реального датчика от размеров теоретически идеального образца, используемого в математической модели. Вторая группа факторов носит случайный характер, например, нарушение работоспособности отдельных элементов конструкции ИИС. Такие изменения состояний функционирования случайны, достаточно редки и их предсказать нельзя.

Утверждение 1. Если на временном интервале измерения $[\tau_0, \tau_{\kappa}]$ отсутствуют непредсказуемые изменения состояний функционирования, то траектория $h(\cdot)$ может быть представлена в типовой форме.

Это следует, во-первых, из того, что время перехода из одного четкого состояния в другое конечно и на этом промежутке времени можно ввести нечеткое состояние \tilde{h} . Во-вторых, несколько, следующих друг за другом, нечетких состояний можно объединить в одно.

Для четких состояний $h \in H_0$ проверка адекватности моделей M_h производится аналогично тому, как это делается для традиционных моделей, не учитывающих изменение состояний функционирования. Однако важное значение здесь приобретают задачи идентификации состояний h и \tilde{h} .

Задача идентификации состояния функционирования заключается в определении моментов смены состояний функционирования τ_j и значения нового состояния функционирования h_{j+1} по измеренным с временным шагом $\Delta \tau$ значениям $y(\tau_0 + i\Delta \tau)$, i = 0, 1, 2, ... и известным входным воздействиям $x(\tau_0 + i\Delta \tau)$, i = 0, 1, 2, ... Исследования показали, что в отсутствии непредсказуемых изменений состояний функционирования модель процесса измерения на множестве \mathcal{H} представляет собой кортеж моделей вида

$$\mathcal{M}_{\mathcal{H}} = \left\langle M_{\tilde{h}_{1}}, \tilde{h}_{1} \in \tilde{H}_{\pi}; M_{h_{2}}, h_{2} \in H_{o}; M_{\tilde{h}_{3}}, \tilde{h}_{3} \in \tilde{H}_{\pi}; \ldots \right\rangle.$$

О пределение 6. Идентифицируемые состояния функционирования $h \in H_0$, в которых измеренные значения компонент вектора фазовых координат можно использовать для расчета ТФС материалов объектов исследования и определения температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ, будем называть рабочими, они образуют подмножество рабочих состояний функционирования $H_p \subset H_0$.

Модели $M_h, h \in H_p$ используются при разработке математического обеспечения методов НК ТФС и температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ.

Процедура определения температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ по аномальным изменениям ТФС в состояниях $h_i \in H_p$ включает следующие операторы:

 $\Psi_{1}: \{\widetilde{T}(\tau_{i})\} \cap \{T(\tau_{i}/h_{\kappa})\} \rightarrow \{\widetilde{T}_{i}\}_{p,\kappa} - ha \text{ основе сопоставления}$ экспериментальных данных $\{\widetilde{T}(\tau_{i})\}$ и данных, полученных с использованием математических моделей $\{T(\tau_{i}/h_{\kappa})\}$, осуществляется поиск рабочих участков термограмм $\{\widetilde{T}_{i}\}_{p,\kappa}$, где эти модели адекватно описывают тепловой процесс (к – номер рабочего участка) [184, 370, 400];

 $\Psi_2: \{\tilde{T}_i\}_{p,\kappa} \to \{d_i\}_{\kappa}$ – по рабочим участкам термограмм определяются параметры математических моделей $\{d_i\}_{\kappa}$ [391, 400];

 $\Psi_3: \{d_i\}_{\kappa} \to \{\Theta\}_{\kappa}$ – на основании параметров математических моделей $\{d_i\}_{\kappa}$ определяется Θ (массив ТФС и других существенных параметров, характеризующих свойства материала) на каждом рабочем участке термограмм [391, 400];

 $\Psi_4: \left\{\Theta_{i,n}, n=1; 2; 3, i=\overline{1,N_n}\right\}_{\kappa} \cap \left\{\gamma/P_{\gamma}\right\} \rightarrow \left\{\chi_n, n=1; 2; 3\right\}_{\kappa}$ – на основе анализа оценок параметров $\left\{\Theta_{i,n}\right\}$ (*i* – номер оценки по *k* точкам измерения (*k* – нечетное число, более трех); N_n – число оценок для *n*-й термограммы) и используемых статистических критериев $\left\{\gamma/P_{\gamma}\right\}$ (P_{γ} – задаваемый уровень доверия для критерия γ) определяются температурно-временные характеристики структурных превращений $\chi = \langle T_{\Pi}, \tau_{\Pi} \rangle$ на каждой из термограмм для рабочего участка с номером к;

 $\Psi_{5}: \{\chi_{n}, n = 1; 2; 3\}_{\kappa} \cap \{(dT_{\chi}/d\tau)_{n=1;2;3}\}_{\kappa} \to \{\Psi_{\phi}, \Psi_{p}\}_{\kappa}$ – на основе анализа характеристик $\{\chi_{n}\}$ и соответствующих скоростей изменения температуры $\{dT/d\tau\}$ определяется вид структурного превращения (фазовый Ψ_{ϕ} или релаксационный Ψ_{p}) [391, 400, 422].

Математические модели, описывающие экспериментальные термограммы на рабочих участках, находятся на основе анализа решений соответствующих краевых задач теплопроводности [338, 352, 370, 382, 387, 391, 395, 396, 402, 404, 406, 409, 412, 423, 425]. При этом используется допущение о пренебрежимо малом изменении ТФС материалов изделий в диапазоне изменения температуры на рабочих участках термограмм вне области структурного превращения.

Предлагаемый многомодельный подход к анализу и аналитическому описанию нестационарного процесса теплопереноса с учетом множества состояний функционирования тепловой системы использован автором при разработке методов НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ с применением источников тепла двух типов:

1) плоского круглого постоянной мощности;

2) плоского круглого, обеспечивающего постоянную скорость нагрева в локальной области исследуемого тела (вблизи нагревателя и центрального термоприемника).

При разработке математических моделей, позволяющих определять законы движения границ фазовых переходов в ПМ, учитывали, что в ПМ фазовые переходы в отличие от релаксационных происходят при постоянной температуре $T_{\rm n}$. Была использована следующая аналогия: распределение температуры в исследуемом теле от плоского круглого источника тепла постоянной мощности радиуса $R_{\rm nn}$ при $\tau >> 0$ близко к распределению температуры в сферическом полупространстве со сферической полостью радиуса R, через которую осуществляется тепловое воздействие [390].

Выводы

1. Разработаны теоретические основы многомодельных тепловых методов для анализа и аналитического описания нестационарного теплопереноса с учетом множества состояний функционирования тепловой системы применительно к НК температурно-временных характеристик структурных превращений в объектах контроля из ПМ.

2. Предложенный подход позволяет идентифицировать и использовать характерные участки экспериментальных термограмм, на которых полученные математические модели описания теплопереноса адекватно отражают реальные тепловые процессы.

3. Использование в расчетах рабочих участков экспериментальных термограмм позволит наиболее полно реализовать получаемую измерительную информацию. Это снижает погрешность разрабатываемых методов НК.

4. Возможность использования нескольких рабочих участков экспериментальных термограмм, а, следовательно, и нескольких математических моделей описания теплопереноса на определенных температурно-временных интервалах измерений в одном эксперименте позволит осуществлять самоконтроль работы ИИС, что повышает воспроизводимость и достоверность результатов определения температурно-временных характеристик структурных превращений в объектах контроля из полимеров и композиционных материалов на их основе.

Глава З

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОБОСНОВАНИЯ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

3.1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПОСТРОЕНИЯ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ НЕСТАЦИОНАРНОГО ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА ПРИ НАГРЕВЕ И ОСТЫВАНИИ

Рассмотрим процесс нестационарного теплопереноса от действия плоского источника тепла постоянной мощности в виде круга на исследуемое полимерное тело для измерительной схемы с одним термоприемником, расположенным в центре нагревателя.

ТФС полимерных материалов при изменении температуры на 10...20 °С вне зоны структурного превращения изменяются несущественно по сравнению с аномалиями ТФС при структурном переходе. При нагреве и остывании системы структурные переходы в ПМ, сопровождающиеся тепловыми эффектами, проявляются на различных участках экспериментальных термограмм и могут быть выявлены по аномалиям на температурных зависимостях ТФС [357, 361, 362, 367, 368].

Математические модели, описывающие экспериментальные термограммы на рабочих участках вне зоны структурного превращения, будем искать на основе решений соответствующих краевых задач теплопроводности [352, 370, 373, 382, 385, 391, 400, 402, 404, 406, 409, 412, 423, 425].

3.1.1. МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ НЕСТАЦИОНАРНОГО ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА ДЛЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СХЕМЫ С ОДНИМ ТЕРМОПРИЕМНИКОМ

Схема тепловой системы для метода представлена на рис. 3.1. Тепловое воздействие на исследуемое тело с равномерным начальным температурным распределением осуществляется с помощью нагревателя постоянной мощности, выполненного в виде диска радиусом $R_{\rm nn}$.

Проведем анализ данной системы. Для этого рассмотрим модель нестационарного процесса теплопереноса от плоского источника тепла постоянной мощности в виде круга (рис. 3.2) для получения выражения, определяющего развитие температурного поля от действия круглого плоского нагревателя в полупространстве [339 – 342, 349 – 352, 370, 400].



Рис. 3.1. Схема тепловой системы для метода с плоским круглым нагревателем (*r*, *z* – пространственные координаты)

Рис. 3.2. Тепловая схема

Воспользуемся методом источников. Известно, что температурное поле от мгновенного точечного источника тепла, действующего в неограниченной среде, будет определяться выражением:

$$T_{\rm M}(x, y, z, \tau) = \frac{Q}{c_{\rm p} \left(2\sqrt{\pi a\tau}\right)^3} \exp\left[-\frac{(x-x_1)^2 + (y-y_1)^2 + (z-z_1)^2}{4a\tau}\right],$$

где Q – количество тепла; x, y, z – координаты точки тела; τ – время; x_1 , y_1 , z_1 – координаты точки действия мгновенного источника тепла; c_{ρ} – объемная теплоемкость; a – коэффициент температуропроводности.

В цилиндрических координатах, с учетом того, что $z_1 = 0$ и тело полуограниченное, это выражение имеет вид:

$$T_{\rm M}(r,\phi,z,\tau) = \frac{2Q}{c_{\rm p} \left(2\sqrt{\pi a\tau}\right)^3} \exp\left[-\frac{r^2 + r_{\rm l}^2 - 2r_{\rm l}r\cos(\phi - \phi_{\rm l}) + z^2}{4a\tau}\right], \quad (3.1)$$

где *r*, ϕ – координаты точки тела; *r*₁, ϕ ₁ – координаты точки действия мгновенного точечного источника тепла.

Решение задачи о распространении тепла от плоского нагревателя в виде круга радиусом $R_{n,n}$, создающего на поверхности полуограниченного тела тепловой поток q, можно найти интегрированием функции (3.1), перейдя предварительно к элементарному источнику [339 – 341, 352, 370]:

$$dT(r,\varphi,z,\tau) = \frac{2q}{c_{\rho} \left[2\sqrt{\pi a(\tau-u)} \right]^3} \exp\left[-\frac{r^2 + r_1^2 - 2r_1 r \cos(\varphi-\varphi_1) + z^2}{4a(\tau-u)} \right] r_1 d\varphi_1 dr_1 du,$$

где *и* – параметр интегрирования.

Проинтегрировав это выражение, получим формулу, определяющую закон распространения тепла от плоского круглого нагревателя:

$$T(r, \varphi, z, \tau) = \frac{2q}{c_{\rho} \left(2\sqrt{\pi a}\right)^{3}} \int_{0}^{\tau} \int_{0}^{R_{\rm IDI}} \int_{0}^{2\pi} \frac{\exp\left[-\frac{r^{2} + r_{1}^{2} - 2r_{1}r\cos(\varphi - \varphi_{1}) + z^{2}}{4a(\tau - u)}\right]}{(\tau - u)^{3/2}} r_{1}d\varphi_{1}dr_{1}du.$$

Выполнив замену переменных и с учетом того, что

$$\int_{0}^{2\pi} \exp[x\cos(\varphi-\varphi_1)]d\varphi_1 = I_0(x),$$

можем записать

$$T(r,z,\tau) = \frac{2q2\pi}{c_{\rho}(2\sqrt{\pi a})^{3}} \int_{0}^{\tau} \int_{0}^{R_{IIII}} \frac{\exp\left[-\frac{r^{2}+r_{1}^{2}+z^{2}}{4au}\right]}{u^{3/2}} I_{0}\left[\frac{r_{1}r}{2au}\right] r_{1}dr_{1}du, \quad (3.2)$$

где *I*₀[*x*] – модифицированная функция Бесселя первого рода нулевого порядка.

Для точек, лежащих на оси z (r = 0), будем иметь

$$T(0, z, \tau) = \frac{2q2\pi}{c_{\rho} \left(2\sqrt{\pi a}\right)^3} \int_{0}^{\tau} \int_{0}^{R_{nn}} \frac{\exp\left[-\frac{r_1^2 + z^2}{4au}\right]}{u^{\frac{3}{2}}} r_1 dr_1 du .$$

С учетом того, что

$$\int_{0}^{R_{\Pi\Pi}} r_{1} \exp\left[-\frac{r_{1}^{2}}{4au}\right] dr_{1} = 2au\left(1 - \exp\left[-\frac{R_{\Pi\Pi}^{2}}{4au}\right]\right),$$

можем записать

$$T(0, z, \tau) = \frac{2q2\pi 2a}{c_{\rho} \left(2\sqrt{\pi a}\right)^{3}} \int_{0}^{\tau} \frac{\left(1 - \exp\left[-\frac{R_{nn}^{2}}{4au}\right]\right) \exp\left[-\frac{z^{2}}{4au}\right]}{u^{\frac{1}{2}}} du.$$

Рассмотрим интеграл:

$$\int_{0}^{x} \frac{\exp\left[-\frac{k^{2}}{x}\right]}{x^{\frac{1}{2}}} dx = \begin{vmatrix} y = \frac{k}{x^{\frac{1}{2}}} \\ x = \frac{k^{2}}{y^{2}} \\ dx = -2k^{2} \frac{dy}{y^{3}} \\ 0 < x < X \\ \frac{k}{\sqrt{X}} < y < \infty \end{vmatrix} = 2k \int_{0}^{\infty} \frac{\exp\left[-y^{2}\right]}{y^{2}} dy = \\ = \left| \begin{aligned} u = \exp\left[-y^{2}\right] \\ dv = \frac{dy}{y^{2}} \\ du = -2y \exp\left[-y^{2}\right] \\ v = -\frac{1}{y} \end{aligned} \right| = -2k \frac{\exp\left[-y^{2}\right]}{y} \Big|_{\frac{k}{\sqrt{X}}}^{\infty} -4k \int_{\frac{k}{\sqrt{X}}}^{\infty} \exp\left[-y^{2}\right] dy = \\ = 2\sqrt{X} \exp\left[-\frac{k^{2}}{X}\right] - 2\sqrt{\pi}k \operatorname{erfc}\left[\frac{k}{\sqrt{X}}\right] = 2\sqrt{\pi}i \operatorname{erfc}\left[\frac{k}{\sqrt{X}}\right].$$

С учетом последнего выражения можем окончательно записать формулу, определяющую закономерности распространения тепла от плоского круглого нагревателя в полупространстве по оси *z*, т.е.

$$T(0, z, \tau) = \frac{2q\sqrt{a\tau}}{\lambda} \left(\operatorname{ierfc}\left[\frac{z}{2\sqrt{a\tau}}\right] - \operatorname{ierfc}\left[\frac{\sqrt{R_{n\pi}^2 + z^2}}{2\sqrt{a\tau}}\right] \right).$$
(3.3)

Температура центра нагревателя (r = 0, z = 0) будет определяться выражением

$$T(0,0,\tau) = \frac{2q\sqrt{a\tau}}{\lambda} \left(\frac{1}{\sqrt{\pi}} - \operatorname{ierfc}\left[\frac{R_{\Pi\Pi}}{2\sqrt{a\tau}}\right] \right).$$
(3.4)

Рассмотрим поведение данной функции при больших и малых значениях т. При малых т величина $\operatorname{ierfc}\left[\frac{R_{nn}}{2\sqrt{a\tau}}\right] << \frac{1}{\sqrt{\pi}}$ и ею можно

пренебречь. С учетом того, что $\varepsilon = \frac{\lambda}{\sqrt{a}}$ (ε – тепловая активность материала), при малых значениях **т** выражение (3.4) принимает вид

$$T(0,0,\tau) \approx \frac{2q\sqrt{\tau}}{\varepsilon\sqrt{\pi}}$$
 (3.5)

Для анализа выражения (3.4) при больших значениях τ представим его в виде

$$T(0,0,\tau) = \frac{qR_{\Pi\Pi}}{\lambda} \left(\frac{2\sqrt{a\tau}}{R_{\Pi\Pi}\sqrt{\pi}} \left(1 - \exp\left[-\frac{R_{\Pi\Pi}^2}{4a\tau}\right] \right) + \operatorname{erfc}\left[\frac{R_{\Pi\Pi}}{2\sqrt{a\tau}}\right] \right). \quad (3.6)$$

Тогда в области больших значений τ имеет место

$$T(0,0,\tau) \approx \frac{qR_{\rm III}}{\lambda} \left(1 - \frac{R_{\rm III}}{2\sqrt{\pi a\tau}} \right). \tag{3.7}$$

Известно [47, 53], что зависимости средней по нагревателю температуры *S* при малых и больших т имеют вид:

$$S(\tau) \approx \frac{2q\sqrt{\tau}}{\varepsilon\sqrt{\pi}},$$
$$S(\tau) \approx \frac{2qR_{\rm III}}{\lambda} \left(\frac{4}{3\pi} - \frac{R_{\rm III}}{4\sqrt{\pi}a\tau}\right).$$

Рассмотрим закономерности развития тепловых процессов в плоском (рис. 3.3) и в сферическом (рис. 3.4) полупространствах [370, 385, 396, 400, 402, 404, 406, 409].



Рис. 3.3. Плоское полупространство



Рис. 3.4. Сферическое полупространство

В случае плоского полупространства (рис. 3.3) температура ограничивающей поверхностности (x = 0) при действии источника тепла постоянной мощности q_{nn} будет определяться выражением

$$T_{\rm nn}(0,\tau) = \frac{2q_{\rm nn}\sqrt{\tau}}{\varepsilon\sqrt{\pi}} \,. \tag{3.8}$$

В случае сферического полупространства (рис. 3.4) температура поверхности (r = R), где действует источник тепла постоянной мощности, определяется формулой

$$T_{c\phi}(R,\tau) = \frac{q_{c\phi}R}{\lambda} \left(1 - \exp\left[\frac{a\tau}{R^2}\right] \operatorname{erfc}\left[\sqrt{\frac{a\tau}{R^2}}\right] \right).$$
(3.9)

При больших значениях т это выражение имеет вид

$$T_{c\phi}(R,\tau) \approx \frac{q_{c\phi}R}{\lambda} \left(1 - \frac{R}{\sqrt{\pi a \tau}}\right).$$
 (3.10)

Сравнив выражения (3.5), (3.8) и (3.7), (3.10), можно сделать следующие выводы [370, 400, 409]:

1) при малых значениях τ развитие теплового процесса (на начальной стадии) от ограниченного плоского нагревателя будет аналогично развитию теплового процесса в плоском полупространстве;

2) при больших значениях τ развитие теплового процесса от ограниченного плоского источника тепла будет аналогично развитию теплового процесса, протекающего в сферическом полупространстве.

В реальном эксперименте на тепловой процесс будут оказывать влияние не только ТФС исследуемого материала, но и некоторые другие факторы. Наиболее важными из них являются: теплоотдача в материал ИЗ, теплоемкость нагревателя и термические сопротивления. Для получения математических моделей по определению ТФС материалов исследуемых изделий с учетом указанных факторов, воспользуемся приведенной выше аналогией развития тепловых процессов.

Для учета теплоемкости нагревателя и теплоотдачи в материал ИЗ на начальной стадии развития теплового процесса (при малых значениях τ) будем рассматривать задачу о распространении тепла в плоском полупространстве, а при больших значениях τ будем считать, что нагреватель представляет собой поверхностный сферический, и рассматривать задачу о распространении тепла в сферическом полупространстве [370, 400].



Рис. 3.5. Тепловая схема системы с плоским круглым нагревателем $(q_o = var, q_3 = var):$ $q_o, q_3 = плотности тепловых потоков,$ поступающих в исследуемый объекти измерительный зонд,соответственно

Рассмотрим процесс распространения тепла в двух полуограниченных твердых телах с различными ТФС (рис. 3.5) от действия плоского круглого нагревателя постоянной мощности нулевой теплоемкости. Тела находятся в идеальном тепловом контакте в области действия источника тепла (круг радиусом $R_{пл}$), z = 0. Вне круга (z = 0, $r > R_{пл}$) между полуограниченными телами существует тонкая идеальная теплоизоляция.

В начальный момент времени плотности тепловых потоков q_0 и q_3 зависят от соотношений тепловых активностей рассматриваемой системы тел и слабо зависят от времени (расчетную формулу получил В.П. Козлов в работе [122]).

Данная формула имеет следующий вид:

$$\varepsilon_1 = \frac{2q\sqrt{\tau}}{\sqrt{\pi}T(\tau)} - \varepsilon',$$

где ε' – поправка на тепловую активность материала ИЗ.

При больших значениях времени τ решение В.П. Козлова для двумерной нестационарной стадии процесса теплопереноса имеет сложный вид и его затруднительно использовать в методе НК ТФС.

В связи с этим авторами книги была поставлена задача отыскания аналитических зависимостей распределения температуры в твердых телах на стадии нагрева от действия плоского круглого нагревателя постоянной мощности при малых значениях τ (в плоском полупространстве – *Модель А*) и при больших значениях τ на стадиях нагрева и остывания, в предположении, что плоский круглый нагреватель заменен эквивалентным ему поверхностным сферическим (в сферическом полупространстве – *Модели В* и *С*), с учетом теплоемкости нагревателя и оттоков тепла в материал подложки ИЗ.

3.1.2. МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТЕПЛА В ПЛОСКОМ ПОЛУПРОСТРАНСТВЕ

Начальная стадия развития теплового процесса, как показали наши исследования [339 – 342, 352, 370, 372, 379, 382, 385, 391] и данные работы [122], характеризуется одномерным температурным полем в плоском полупространстве.

С целью учета теплоемкости нагревателя и теплоотдачи в материал ИЗ на начальной стадии теплового процесса решим следующую краевую задачу.

Модель А. Даны два полуограниченных тела при температуре T(x, 0) = 0. В области

 ϵ_2, λ_2 q_2 c_H ϵ_1, λ_1 q_1

Рис. 3.6. Тепловая схема

соприкосновения двух тел постоянно действует плоский бесконечный источник тепла с удельной поверхностной мощностью q, имеющий теплоемкость $c_{\rm H}$ (рис. 3.6).

Требуется найти распределение температуры в данной системе.

В математической форме задача записывается следующим образом:

$$\frac{\partial T_1(x,\tau)}{\partial \tau} = a_1 \frac{\partial^2 T_1(x,\tau)}{\partial x^2}, \quad x > 0, \quad \tau > 0; \quad (3.11)$$

$$\frac{\partial T_2(x,\tau)}{\partial \tau} = a_2 \frac{\partial^2 T_2(x,\tau)}{\partial x^2}, \quad x < 0, \quad \tau > 0; \quad (3.12)$$

начальные условия

$$T_1(x,0)\Big|_{x\geq 0} = T_2(x,0)\Big|_{x\leq 0} = 0;$$
 (3.13)

граничные условия:

$$T_1(+\infty, \tau) = T_2(-\infty, \tau) = 0;$$
 (3.14)

$$T_1(0,\tau) = T_2(0,\tau) = T(0,\tau);$$
 (3.15)

$$-\lambda_1 \frac{\partial T_1(+0,\tau)}{\partial x} - \lambda_2 \frac{\partial T_2(-0,\tau)}{\partial x} = q - c_{\rm H} \frac{\partial T_1(0,\tau)}{\partial \tau}, \ \tau > 0, \qquad (3.16)$$

Применив преобразование Лапласа к уравнениям (3.11) и (3.12), с учетом (3.13), получим [370, 400]:

$$pT_{1L}(x,p) = a_1 \frac{d^2 T_{1L}(x,p)}{dx^2}, x > 0,$$

$$pT_{2L}(x,p) = a_2 \frac{d^2 T_{2L}(x,p)}{dx^2}, x < 0,$$

где $T_L(x, p)$ – изображение функции $T(x, \tau)$ в области преобразования Лапласа, p – комплексное переменное.

Решения последних дифференциальных уравнений имеют вид:

$$T_{1L}(x,p) = A \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_1}} x\right] + B \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}} x\right], x > 0.$$
$$T_{2L}(x,p) = C \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_2}} x\right] + D \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}} x\right], x < 0.$$

Граничные условия (3.14), (3.15) и (3.16) в области изображения:

$$T_{1L}(+\infty, p) = T_{2L}(-\infty, p) = 0;$$

$$T_{1L}(0, p) = T_{2L}(0, p) = T_L(0, p);$$

$$-\lambda_1 \frac{dT_{1L}(+0, p)}{dx} - \lambda_2 \frac{dT_{2L}(-0, p)}{dx} = \frac{q}{p} - c_{_{\rm H}} p T_{1L}(0, p)$$

•

C учетом условий A = C = 0, B = D имеем

$$B = \frac{q}{p(c_{\rm H}p + \varepsilon_1\sqrt{p} + \varepsilon_2\sqrt{p})}.$$

В результате получим решение задачи для первого тела, преобразованное по Лапласу

$$T_{1L}(x,p) = \frac{q}{c_{\rm H}} \frac{\exp\left[-\frac{x}{\sqrt{a_1}}\sqrt{p}\right]}{p^{3/2}\left(\sqrt{p} + \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2}{c_{\rm H}}\right)}, x > 0.$$

Выполнив обратное преобразование Лапласа, получим

$$T_{1}(x,\tau) = \frac{2q\sqrt{\tau}}{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}\operatorname{ierfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{a_{1}\tau}}\right] - \frac{qc_{H}}{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})^{2}}\operatorname{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{a_{1}\tau}}\right] + \frac{qc_{H}}{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})^{2}} \exp\left[\frac{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})x}{c_{H}\sqrt{a_{1}}} + \frac{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})^{2}}{c_{H}^{2}}\tau\right]\operatorname{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{a_{1}\tau}} + \frac{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}{c_{H}}\sqrt{\tau}\right], x > 0.$$

Математическая модель распространения тепла для первого тела (исследуемого изделия) для поверхности (*x* = 0) имеет вид [370, 400]

$$T_{1}(0,\tau) = \frac{2q\sqrt{\tau}}{(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2})\sqrt{\pi}} - \frac{qc_{H}}{(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2})^{2}} + \frac{qc_{H}}{(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2})^{2}} \exp\left[\frac{(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2})^{2}}{c_{H}^{2}}\tau\right] \operatorname{erfc}\left[\frac{(\varepsilon_{1} + \varepsilon_{2})}{c_{H}}\sqrt{\tau}\right].$$

В области больших значений $\frac{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{c_{_{\rm H}}} \sqrt{\tau}$, полученная модель,

отвечающая одномерному температурному полю с учетом теплоемкости нагревателя $c_{\rm H}$ и теплоотдачи в материал подложки ИЗ для поверхности (x = 0), преобразуется к виду [339, 340, 352, 370, 400]:

$$T_1(0,\tau) = \frac{2q\sqrt{\tau}}{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)\sqrt{\pi}} - \frac{qc_{\rm H}}{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)^2} .$$
(3.17)

3.1.3. МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТЕПЛА В СФЕРИЧЕСКОМ ПОЛУПРОСТРАНСТВЕ

Известно, что распределение температурного поля в исследуемом теле от плоского круглого источника тепла постоянной мощности радиуса $R_{пл}$ (рис. 3.5) при $\tau >> 0$ близко к распределению температурного поля в сферическом полупространстве от действия поверхностного нагревателя со сферической полостью радиусом R, через которую осуществляется заданное тепловое воздействие с тем же тепловым потоком [370, 379, 382, 396, 400].

3.1.3.1. Влияние теплоемкости нагревателя на ход развития теплового процесса. Стадия нагрева

Для учета теплоемкости нагревателя на ход развития теплового процесса при больших значениях т решим следующую краевую задачу.



Постановка задачи. Неограниченное тело (рис. 3.7) находится в идеальном тепловом контакте с поверхностным сферическим источником тепла постоянной мощности радиусом R, удельной поверхностной мощностью q и теплоемкостью $c_{\rm H}$ при температуре $T(r, \theta, 0) = 0$.

Требуется найти распределение тепла в данной системе.

Рис. 3.7. Тепловая схема

Процесс теплопереноса в исследуемой системе соответствует одномерному температурному полю в сферическом пространст-

ве, так как градиент температуры в рассматриваемом теле не зависит от координаты θ .

Математически задача может быть записана в следующем виде:

$$\frac{\partial T(r,\tau)}{\partial \tau} = a \left(\frac{\partial^2 T(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \quad \tau > 0; \qquad (3.18)$$

начальные условия

$$T(r,0)\Big|_{r\geq R} = 0;$$
 (3.19)

граничные условия:

$$T(\infty, \tau)\Big|_{\tau>0} = 0; \qquad (3.20)$$

$$-\lambda \frac{\partial T(R,\tau)}{\partial r}\bigg|_{\tau>0} = q - c_{\rm H} \frac{\partial T(R,\tau)}{\partial \tau}\bigg|_{\tau>0}.$$
 (3.21)

Для решения задачи также используем метод преобразования Лапласа. Представим (3.18) в виде

$$\frac{\partial [rT(r,\tau)]}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 [rT(r,\tau)]}{\partial r^2}$$

и преобразуем его по Лапласу, т.е.

$$prT_{L}(r,p) = a \frac{d^{2} [rT_{L}(r,p)]}{dr^{2}}.$$
 (3.22)

72
Решение этого дифференциального уравнения имеет вид [370, 400]

$$T_L(r, p) = \frac{A}{r} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}r}\right] + \frac{B}{r} \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a}r}\right].$$

Постоянная B = 0 (по условию (3.20)). Постоянную A найдем из выражения (3.21).

В результате получаем решение дифференциального уравнения (3.22)

$$T_L(r, p) = \frac{qR \exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a}}\right]}{c_{_{\rm H}}rp\left(p + \frac{\varepsilon}{c_{_{\rm H}}}\sqrt{p} + \frac{\lambda}{Rc_{_{\rm H}}}\right)}.$$

Переходя от изображения к оригиналу, запишем выражение для температуры поверхности полусферической полости (r = R):

$$T(R,\tau) = \frac{qR}{\lambda} + \frac{q}{c_{\rm H}(\varphi - \psi)\varphi} \exp[\varphi^2 \tau] \operatorname{erfc}[-\varphi\sqrt{\tau}] + \frac{q}{c_{\rm H}(\psi - \varphi)\psi} \exp[\psi^2 \tau] \operatorname{erfc}[-\psi\sqrt{\tau}]$$

где $\varphi \psi = \frac{\lambda}{Rc_{_{\rm H}}}, (\varphi + \psi) = -\frac{\varepsilon}{c_{_{\rm H}}}.$

При больших ($\phi^2 \tau$) и ($\psi^2 \tau$) выражение упрощается (используем разложение erfc(*x*) в степенной ряд для больших значений τ) и примет вид

$$T(R,\tau) = \frac{qR}{\lambda} \left(1 - \frac{R}{\sqrt{\pi a \tau}} \right).$$
(3.23)

Отсюда можно сделать вывод о том (см. (3.7) и (3.10)), что на стадии нагрева при больших значениях времени теплоемкостью нагревателя можно пренебречь [370, 400].

3.1.3.2. Влияние теплоемкости нагревателя на ход развития теплового процесса. Стадия остывания

Постановка задачи. Тепловая система представляет собой неограниченное тело (рис. 3.8), находящееся при температуре $T(r, \theta, 0) = 0$ в идеальном тепловом контакте со сферическим поверхностным ис-



точником тепла постоянной мощности радиуса R, удельной поверхностной мощностью q и теплоемкостью $c_{\rm H}$. Тепловой источник действует заданный период времени. Затем источник тепла прекращает свое действие и система остывает. Необходимо найти распределение тепла в данной системе после отключения источника.

Рис. 3.8. Тепловая схема

Считаем, что конечное распределение температур, после окончания действия источника тепла, будет близко к стационарному [391].

Решение задачи о распределении температуры в сферическом пространстве при действии источника тепла постоянной мощности с теплоемкостью *с*_н приведено в разделе 3.1.3.1. Это решение в области преобразования Лапласа имеет вид

$$T_L(r,p) = \frac{qR \exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a}}\right]}{c_{\rm H}rp\left(p + \frac{\varepsilon}{c_{\rm H}}\sqrt{p} + \frac{\lambda}{Rc_{\rm H}}\right)}.$$
(3.24)

В математическом виде задача записывается следующим образом:

$$\frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \tau} = a \left(\frac{\partial^2 T(r,\theta,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$
(3.25)

 $r > R, 0 \le \theta \le \pi, \tau > 0;$

$$T(r,\theta,0)\Big|_{\substack{r\geq R\\ 0\leq \theta\leq \pi}} = f(r);$$
(3.26)

$$T(\infty, \theta, \tau) \Big|_{\substack{\tau > 0 \\ 0 \le \theta \le \pi}} = 0; \qquad (3.27)$$

$$\frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \theta}\Big|_{\substack{\theta=\frac{\pi}{2}-0\\r>R\\\tau>0}}=0, \quad \frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \theta}\Big|_{\substack{\theta=0\\r>R\\\tau>0}}=0; \quad (3.28)$$

$$\lambda \frac{\partial T(R,\theta,\tau)}{\partial r} \bigg|_{\substack{\tau>0\\0\le\theta\le\pi}} = c_{\rm H} \frac{\partial T(R,\theta,\tau)}{\partial \tau} \bigg|_{\substack{\tau>0\\0\le\theta\le\pi}},$$
(3.29)

где f(r) – функция начального распределения температуры в полуограниченном теле (после отключения нагревателя).

Стационарное распределение температуры найдем из предельного соотношения

$$\lim_{p \to 0} (pT_L(r, \theta, p)) = \frac{qR^2}{\lambda r}, \ f(r) = \frac{qR^2}{\lambda r}.$$

В предположении, что градиент температуры в рассматриваемом теле не зависит от координаты θ , и с учетом условия (3.28) получаем задачу, эквивалентную приведенной выше. Уравнение (3.25) запишется следующим образом

$$\frac{\partial T(r,\tau)}{\partial \tau} = a \left(\frac{\partial^2 T(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \ \tau > 0$$
(3.30)

или

$$\frac{\partial [rT(r,\tau)]}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 [rT(r,\tau)]}{\partial r^2}.$$
(3.31)

В области преобразования Лапласа уравнение (3.31), начальные и граничные условия имеют вид:

$$prT_L(r,p) - \frac{qR^2}{\lambda} = a \frac{d^2 [rT_L(r,p)]}{dr^2};$$
 (3.32)

$$T_L(r,0)\bigg|_{r\ge R} = \frac{qR^2}{\lambda r}; \qquad (3.33)$$

$$T_L(\infty, p) = 0; \qquad (3.34)$$

$$\lambda \frac{dT_L(R,p)}{dr} = c_{\rm H} \left(pT_L(R,p) - \frac{qR}{\lambda} \right). \tag{3.35}$$

Решение (3.32), с учетом (3.33), имеет вид

$$rT_L(r,p) - \frac{qR^2}{\lambda p} = A \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}}r\right] + B \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a}}r\right].$$
 (3.36)

Из условия (3.34) следует, что B = 0, так как при $r \to \infty$ температурный градиент стремится к нулю, а температура тела не может быть бесконечно большой. С учетом этого, выражение (3.36) приобретает вид

$$T_L(r,p) = \frac{A}{r} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}}r\right] + \frac{qR^2}{\lambda pr}.$$
(3.37)

Постоянную А найдем из условия (3.35)

$$-\lambda \frac{A}{R^2} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}}R\right] \left(\sqrt{\frac{p}{a}}R+1\right) - \frac{q}{\lambda p} = c_{\rm H} \left(p\frac{A}{R} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}}R\right] + \frac{pqR}{\lambda p} - \frac{qR}{\lambda}\right),$$

откуда

$$A = -\frac{qR}{p\left(c_{\rm H}p + \lambda\sqrt{\frac{p}{a}} + \frac{\lambda}{R}\right)\exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a}R}\right]}.$$
 (3.38)

Подставив выражение (3.38) в (3.37), получаем решение дифференциального уравнения (3.32)

$$T_L(r,p) = \frac{qR^2}{\lambda pr} - \frac{qR \exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a}}\right]}{c_{\rm H}rp\left(p + \frac{\varepsilon\sqrt{p}}{c_{\rm H}} + \frac{\lambda}{Rc_{\rm H}}\right)}.$$

Выполнив обратное преобразование Лапласа, получим (при r = R)

$$T(R,\tau) = -\frac{q \exp[\phi^2 \tau] \operatorname{erfc}[-\phi \sqrt{\tau}]}{c_{\rm H}(\phi - \psi)\phi} - \frac{q \exp[\psi^2 \tau] \operatorname{erfc}[-\psi \sqrt{\tau}]}{c_{\rm H}(\psi - \phi)\psi},$$

где $\phi \psi = \frac{\lambda}{Rc_{\rm H}}$, $\phi + \psi = -\frac{\varepsilon}{c_{\rm H}}$.

Используя разложение функции erfc(x) в степенной ряд при больших значениях τ , получим

$$T(R,\tau) = \frac{\varepsilon q R^2}{\lambda^2 \sqrt{\pi}} \frac{1}{\sqrt{\tau}} .$$
(3.39)

Анализируя выражение (3.39), можно сделать вывод о том, что на стадии остывания при больших значениях т теплоемкостью нагревателя можно пренебречь [400, 406, 409, 412, 423].

Решение задачи о распределении тепла в сферическом пространстве в общем виде для r > R затруднительно. Для нахождения решения упростим задачу, исключив из рассмотрения теплоемкость нагревателя, так как при больших значениях τ на стадии остывания ее влиянием можно пренебречь.

Задачу о распределении тепла от действия поверхностного сферического источника тепла постоянной мощности на стадии остывания без учета теплоемкости нагревателя, для схемы, представленной на рис. 3.8, в математическом виде запишем следующим образом [391, 400]:

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

$$r > R, \ 0 \le \theta \le \pi, \ \tau > 0; \tag{3.40}$$

$$T(r,\theta,0)\Big|_{\substack{r\geq R\\ 0\leq\theta\leq\pi}} = \frac{qR^2}{\lambda r};$$
(3.41)

$$T(\infty, \theta, \tau)\Big|_{\substack{\tau > 0\\ 0 \le \theta \le \pi}} = 0; \qquad (3.42)$$

$$\frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta = \frac{\pi}{2} - 0 \\ r > R \\ \tau > 0}} = 0, \quad \frac{\partial T(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta = 0 \\ r > R \\ \tau > 0}} = 0; \quad (3.43)$$

$$\left. \lambda \frac{\partial T(R, \theta, \tau)}{\partial r} \right|_{\substack{\tau > 0\\ 0 \le \theta \le \pi}} = 0 .$$
(3.44)

Уравнение (3.40) представим в виде

$$\frac{\partial T(r,\tau)}{\partial \tau} = a \left(\frac{\partial^2 T(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T(r,\tau)}{\partial r} \right).$$
(3.45)

Решение задачи (3.45) в области преобразования Лапласа имеет вид

$$T_L(r,p) = \frac{qR^2}{\lambda pr} - \frac{qR \exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a}}\right]}{\lambda rp\left(\frac{\sqrt{p}}{a} + \frac{1}{R}\right)}$$

Выполнив обратное преобразование Лапласа, получим решение задачи о распределении тепла в сферическом полупространстве от действия источника тепла постоянной мощности на стадии остывания без учета теплоемкости нагревателя [400]

$$T(r,\tau) = \frac{qR^2 \left(1 - \operatorname{erfc}\left[\frac{1}{2} \frac{r-R}{\sqrt{\tau}\sqrt{a}}\right] + \exp\left[\frac{1}{2} \frac{r-R}{\sqrt{\tau}\sqrt{a}} + \frac{a\tau}{R^2}\right] \operatorname{erfc}\left[\frac{1}{2} \frac{r-R}{\sqrt{\tau}\sqrt{a}} + \frac{\sqrt{\tau}\sqrt{a}}{R}\right]\right)}{\lambda r}$$

Воспользовавшись асимптотическим разложением функции erfc(x) в степенной ряд при больших значениях τ и упростив полученное выражение, получим

$$T(r,\tau) = \frac{\varepsilon q R^2}{\lambda^2 \sqrt{\pi}} \frac{1}{\sqrt{\tau}} .$$
(3.46)

Проанализировав (3.46), можно сделать вывод о том, что температурное поле от источника тепла постоянной мощности на стадии остывания при больших значениях τ , в случае r > R, существенно не зависит от пространственной координаты r [391].

С целью максимального использования экспериментальных данных усложним измерительную схему метода, для чего избыточную температуру исследуемого изделия будем контролировать в центре нагревателя и на некоторых расстояниях r_i от центра [400].

3.1.4. МАТЕМАТИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ НЕСТАЦИОНАРНОГО ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА ДЛЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СХЕМЫ С НЕСКОЛЬКИМИ ТЕРМОПРИЕМНИКАМИ

В методе используется физическая модель, схема которой представлена на рис. 3.9 [400].

Тепловое воздействие на исследуемое изделие с равномерным начальным распределением температуры осуществляется с помощью нагревателя постоянной мощности, выполненного в виде диска радиусом $R_{n,n}$, встроенного в подложку ИЗ. Начальное температурное распре-



Рис. 3.9. Измерительная схема метода

деление контролируется тремя ТП одновременно. В ходе проведения эксперимента фиксируется избыточная температура исследуемого изделия T в центре нагревателя и на расстояниях $r_1 = 7$ мм, $r_2 = 8$ мм, $r_3 = 9$ мм от центра.

Для учета влияния теплоотдачи в материал подложки ИЗ на результат измерения при больших значениях τ (стадии нагрева и остывания), плоский круглый нагреватель заменен эквивалентным ему поверхностным сферическим. Рассмотрены математические модели распространения тепла в сферическом полупространстве (*Modenu B* и *C*) [391, 400].

3.1.4.1. Математическая модель распространения тепла в системе двух полуограниченных тел на стадии нагрева

Модель В. Два полуограниченных тела (рис. 3.10) с различными ТФС находятся в идеальном тепловом контакте с поверхностным сферическим источником тепла постоянной мощности радиусом R и удельной поверхностной мощностью q при температуре $T(r, \theta, 0) = 0$. Вне сферы, в плоскости соприкосновения, существует тонкая идеальная теплоизоляция.

Необходимо найти распределение температуры в данной системе.

Математически задача формулируется следующим образом [391]:



Рис. 3.10. Тепловая схема системы с поверхностным сферическим нагревателем

$$\begin{split} \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \tau} &= a_{1} \left(\frac{\partial^{2} T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial r^{2}} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^{2} \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \right) \right), \\ r > R, 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}, \tau > 0; \quad (3.47) \end{split}$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \tau} &= a_{2} \left(\frac{\partial^{2} T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial r^{2}} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^{2} \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \right) \right), \\ r > R, \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi, \tau > 0; \quad (3.48) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} T_{1}(r,\theta,0) \bigg|_{r \ge R} &= 0, \quad T_{2}(r,\theta,0) \bigg|_{r \ge R} = 0; \\ \frac{\pi}{2} \le \theta \le \pi, \tau > 0; \quad (3.48) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} T_{1}(r,\theta,0) \bigg|_{r \ge R} &= T_{2}(\infty,\theta,\tau) \bigg|_{r \ge R} = 0; \\ T_{1}(\infty,\theta,\tau) \bigg|_{0 \le \theta \le \frac{\pi}{2}} &= T_{2}(\infty,\theta,\tau) \bigg|_{\frac{\tau > 0}{2} < \theta \le \pi} = 0; \\ T_{1}(r,\theta,\tau) \bigg|_{0 \le \theta \le \frac{\pi}{2}} &= T_{2}(r,\theta,\tau) \bigg|_{\frac{\tau > 0}{2} < \theta \le \pi}, \\ \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\theta = \frac{\pi}{2} = 0} &= \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{\theta = \pi}{2} < \theta \le \pi}, \\ \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{\theta = 0}{r > R}} &= \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{r > 0}{r > R}} = 0, \\ \frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{\theta = 0}{r > R}} &= \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{r = \pi}{r > R}} \\ \frac{\partial T_{1}(R,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{\theta = 0}{r > R}} &= \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{r > 0}{r > R}} = 0, \\ \frac{\partial T_{1}(R,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{0 \le \theta \le \frac{\pi}{2} = 0} &= \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\frac{r = \pi}{r > R}} \\ \frac{\partial T_{1}(R,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{0 \le \theta \le \frac{\pi}{r > R}} &= q_{2}, \quad \tau > 0. \end{aligned}$$

Процесс теплопереноса в исследуемой системе соответствует процессу в системе концентрических сфер (по аналогии с коаксиальными цилиндрами). Поэтому градиент температуры в каждом из рассматриваемых полуограниченных тел не зависит от координаты θ .

С учетом условия (3.49) при соотношении тепловых потоков $q_1 + q_2 = 2q$ получаем задачу, эквивалентную приведенной выше. Уравнения (3.47) и (3.48) с соответствующими начальными и граничными условиями запишутся следующим образом [400]:

$$\frac{\partial T_1(r,\tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \quad \tau > 0, \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}; \quad (3.50)$$

$$\frac{\partial T_2(r,\tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \quad \tau > 0, \quad \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi; \quad (3.51)$$

$$T_{1}(r,0)\Big|_{\substack{r \ge R\\ 0 \le \theta \le \frac{\pi}{2}}} = 0, \quad T_{2}(r,0)\Big|_{\substack{r \ge R\\ \frac{\pi}{2} \le \theta \le \pi}} = 0; \quad (3.52)$$

$$T_1(\infty, \tau) \bigg|_{\substack{\tau > 0\\ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}}} = T_2(\infty, \tau) \bigg|_{\substack{\tau > 0\\ \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi}} = 0,$$
(3.53)

$$T_1(R,\tau)\Big|_{\substack{\tau>0\\0\le\theta\le\frac{\pi}{2}}} = T_2(R,\tau)\Big|_{\substack{\tau>0\\\frac{\pi}{2}\le\theta\le\pi}},$$
(3.54)

$$-\lambda_1 \frac{\partial T_1(\boldsymbol{R}, \boldsymbol{\tau})}{\partial r} \bigg|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2} - 0} - \lambda_2 \frac{\partial T_2(\boldsymbol{R}, \boldsymbol{\tau})}{\partial r} \bigg|_{\frac{\pi}{2} + 0 < \theta \le \pi} = 2q, \quad \boldsymbol{\tau} > 0.$$
(3.55)

Представим (3.50) и (3.51) в виде:

$$\frac{\partial [rT_1(r,\tau)]}{\partial \tau} = a_1 \frac{\partial^2 [rT_1(r,\tau)]}{\partial r^2}, \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}; \quad (3.56)$$

$$\frac{\partial [rT_2(r,\tau)]}{\partial \tau} = a_2 \frac{\partial^2 [rT_2(r,\tau)]}{\partial r^2}, \quad \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi.$$
(3.57)

Применим преобразование Лапласа к дифференциальным уравнениям (3.56) и (3.57):

$$prT_{1L}(r,p) = a_1 \frac{d^2 [rT_{1L}(r,p)]}{dr^2}, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2},$$
$$prT_{2L}(r,p) = a_2 \frac{d^2 [rT_{2L}(r,p)]}{dr^2}, \ \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi.$$
(3.58)

Решения дифференциальных уравнений (3.58) имеют вид [400]:

$$T_{1L}(r,p) = \frac{A}{r} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}r\right] + \frac{B}{r} \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_1}}r\right], \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}, \quad (3.59)$$

$$T_{2L}(r,p) = \frac{C}{r} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}r\right] + \frac{D}{r} \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_2}}r\right], \quad \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi.$$
(3.60)

Граничные условия (3.53), (3.54), (3.55) в области изображения:

$$T_{1L}(\infty, p)\Big|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2}} = T_{2L}(\infty, p)\Big|_{\frac{\pi}{2} < \theta \le \pi} = 0,$$
 (3.61)

$$T_{1L}(R,p)\Big|_{0\le\theta\le\frac{\pi}{2}} = T_{2L}(R,p)\Big|_{\frac{\pi}{2}\le\theta\le\pi},$$
(3.62)

$$-\lambda_1 \frac{dT_{1L}(R,p)}{dr}\Big|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2} - 0} -\lambda_2 \frac{dT_{2L}(R,p)}{dr}\Big|_{\frac{\pi}{2} + 0 < \theta \le \pi} = \frac{2q}{p}.$$
 (3.63)

Из условия (3.61) следует, что B = D = 0, так как при $r \to \infty$ температурный градиент стремится к нулю, а температура тела не может быть бесконечно большой.

Постоянную А определим из граничного условия (3.63)

$$\lambda_1 \frac{A}{R^2} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right] \left(\sqrt{\frac{p}{a_1}}R+1\right) + \lambda_2 \frac{C}{R^2} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}R\right] \left(\sqrt{\frac{p}{a_2}}R+1\right) = \frac{2q}{p}.$$
(3.64)

Из условия (3.62) имеем:

$$A \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right] = C \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}R\right],$$

откуда

$$C = A \exp\left[R\left(\sqrt{\frac{p}{a_2}} - \sqrt{\frac{p}{a_1}}\right)\right].$$
 (3.65)

Подставляя решение (3.65) в уравнение (3.64), получим

$$A = \frac{2qR^2}{p\exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right]\left(\lambda_1\left(\sqrt{\frac{p}{a_1}}R+1\right)+\lambda_2\left(\sqrt{\frac{p}{a_2}}R+1\right)\right)}$$

Следовательно, выражение (3.59) примет вид

$$T_{1L}(r,p) = \frac{2qR\exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a_1}}\right]}{rp(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)\left(\sqrt{p} + \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{R(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}\right)}, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$
 (3.66)

Применив обратное преобразование Лапласа к выражению (3.66), получим

$$T_{1}(r,\tau) = \frac{2qR^{2}}{(\lambda_{1}+\lambda_{2})r} \left(\operatorname{erfc}\left[\frac{r-R}{2\sqrt{a_{1}\tau}}\right] - \exp\left[\frac{r-R}{\sqrt{a_{1}}}\frac{\lambda_{1}+\lambda_{2}}{R(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})} + \frac{(\lambda_{1}+\lambda_{2})^{2}}{R^{2}(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})^{2}}\tau\right] \times \operatorname{erfc}\left[\frac{r-R}{2\sqrt{a_{1}\tau}} + \frac{\lambda_{1}+\lambda_{2}}{R(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}\sqrt{\tau}\right] \right), \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$

Используя разложение функции $\operatorname{erfc}(x)$ в степенной ряд при больших значениях τ , получим

$$T_{1}(r,\tau) = \frac{2qR^{2}}{(\lambda_{1}+\lambda_{2})r} \left(1 - \left(\frac{(r-R)(\lambda_{1}+\lambda_{2})\varepsilon_{1}}{R(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})\lambda_{1}} + 1 \right) \frac{R(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}{(\lambda_{1}+\lambda_{2})\sqrt{\pi}\sqrt{\tau}} \right),$$
$$0 \le \theta < \frac{\pi}{2}, \qquad (3.67)$$

где λ_1 , ϵ_1 , λ_2 , ϵ_2 – теплопроводности и тепловые активности первого и второго тел (рис. 3.10), соответственно.

Преобразуем модель (3.67) к виду [391, 400]:

$$T_{1}(r,\tau) = -\left(\frac{2qR^{2}(r-R)}{\sqrt{\pi}\sqrt{a_{1}}r\left(\lambda_{1}+\lambda_{2}\right)} + \frac{2qR^{3}\left(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2}\right)}{\sqrt{\pi}r\left(\lambda_{1}+\lambda_{2}\right)^{2}}\right)\frac{1}{\sqrt{\tau}} + \frac{2qR^{2}}{\left(\lambda_{1}+\lambda_{2}\right)r},$$

$$0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$
(3.68)

При r = R

$$T(R,\tau) = \frac{2qR}{\lambda_1 + \lambda_2} \left(1 - \frac{R(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi\tau}(\lambda_1 + \lambda_2)} \right), \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$

3.1.4.2. Математическая модель распространения тепла в системе двух полуограниченных тел на стадии остывания

Математическая модель, описывающая распространение тепла в системе двух полуограниченных тел на стадии остывания (вне зоны структурного превращения), получена на основе решения следующей краевой задачи теплопроводности [400, 428, 432].

Модель С. Два полуограниченных тела с различными ТФС при температуре $T(r, \theta, 0) = 0$ находятся в идеальном тепловом контакте с поверхностным сферическим источником тепла постоянной мощности радиуса R и удельной поверхностной мощностью q. Вне источника тепла, в плоскости соприкосновения тел, существует идеальная теплоизоляция (рис. 3.10). Источник тепла действует заданный интервал времени, затем отключается и система остывает.

Конечное распределение температур после окончания действия источника тепла принимается близким к стационарному, которое найдем из предельного соотношения

$$\lim_{p \to 0} (pT_{1L}(r, \theta, p)) = \frac{2qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)r}$$

где *T*_{1*L*} – решение (3.68) в области преобразования Лапласа.

Математически задача записывается следующим образом:

$$\frac{\partial T_1(r,\theta,\tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r,\theta,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r,\theta,\tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_1(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \right) \right),$$
$$r > R, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}, \ \tau > 0; \tag{3.69}$$

$$\frac{\partial T_2(r,\theta,\tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r,\theta,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r,\theta,\tau)}{\partial r} + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left(\sin \theta \frac{\partial T_2(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \right) \right)$$
$$r > R, \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi, \tau > 0; \qquad (3.70)$$

$$T_1(r,\theta,0)\Big|_{\substack{r \ge R\\ 0 \le \theta \le \frac{\pi}{2}}} = f(r), \quad T_2(r,\theta,0)\Big|_{\substack{r \ge R\\ \frac{\pi}{2} \le \theta \le \pi}} = f(r); \quad (3.71)$$

$$T_1(\infty, \theta, \tau) \bigg|_{\substack{\tau > 0\\ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}}} = T_2(\infty, \theta, \tau) \bigg|_{\substack{\tau > 0\\ \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi}} = 0; \qquad (3.72)$$

$$T_1(R,\theta,\tau)\Big|_{\substack{\tau>0\\0\le\theta\le\frac{\pi}{2}}} = T_2(R,\theta,\tau)\Big|_{\substack{\tau>0\\\frac{\pi}{2}\le\theta\le\pi}}; \qquad (3.73)$$

$$\frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta=\frac{\pi}{2}-0\\r>R\\\tau>0}} = \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta=\frac{\pi}{2}+0\\r>R\\\tau>0}} = 0,$$

$$\frac{\partial T_{1}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta=0\\r>R\\\tau>0}} = \frac{\partial T_{2}(r,\theta,\tau)}{\partial \theta} \bigg|_{\substack{\theta=\pi\\r>R\\\tau>0}} = 0;$$
(3.74)

$$\lambda_1 \frac{\partial T_1(R, \theta, \tau)}{\partial r} \bigg|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2} - 0} = 0, \quad \lambda_2 \frac{\partial T_2(R, \theta, \tau)}{\partial r} \bigg|_{\frac{\pi}{2} + 0 < \theta \le \pi} = 0, \ \tau > 0, \quad (3.75)$$

где f(r) – функция начального распределения температуры в каждом полуограниченном теле (после отключения нагревателя); $f(r) = \frac{2qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)r}$.

По аналогии с решением задачи на стадии нагрева запишем уравнения (3.69) и (3.70) в виде [391, 400]:

$$\frac{\partial T_1(r,\tau)}{\partial \tau} = a_1 \left(\frac{\partial^2 T_1(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_1(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \ \tau > 0, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}; \quad (3.76)$$

$$\frac{\partial T_2(r,\tau)}{\partial \tau} = a_2 \left(\frac{\partial^2 T_2(r,\tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial T_2(r,\tau)}{\partial r} \right), \quad r > R, \ \tau > 0, \ \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi.$$
(3.77)

Решения (3.76) и (3.77) в области преобразования Лапласа имеют вид [400]:

$$rT_{1L}(r,p) - \frac{2qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)p} = A\exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}r\right] + B\exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_1}}r\right], \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2};$$
(3.78)

$$rT_{2L}(r,p) - \frac{2qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)p} = C \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}r\right] + D \exp\left[\sqrt{\frac{p}{a_2}}r\right], \ \frac{\pi}{2} < \theta \le \pi.$$
(3.79)

Граничные условия для изображения можно записать в виде:

$$T_{1L}(\infty, p)\Big|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2}} = T_{2L}(\infty, p)\Big|_{\frac{\pi}{2} < \theta \le \pi} = 0,$$
(3.80)

$$T_{1L}(R,p)\Big|_{0\le\theta\le\frac{\pi}{2}} = T_{2L}(R,p)\Big|_{\frac{\pi}{2}\le\theta\le\pi},$$
(3.81)

$$\lambda_1 \frac{dT_{1L}(R,p)}{dr} \bigg|_{0 \le \theta < \frac{\pi}{2} - 0} = 0, \quad \lambda_2 \frac{dT_{2L}(R,p)}{dr} \bigg|_{\frac{\pi}{2} + 0 < \theta \le \pi} = 0.$$
(3.82)

Из условия (3.80) следует, что B = D = 0. Постоянную А определим из граничного условия (3.82):

$$\lambda_1 \frac{A}{R^2} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right] \left(\sqrt{\frac{p}{a_1}}R + 1\right) + \frac{2\lambda_1 q}{(\lambda_1 + \lambda_2)p} = -\lambda_2 \frac{C}{R^2} \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}R\right] \left(\sqrt{\frac{p}{a_2}}R + 1\right) - \frac{2\lambda_2 q}{(\lambda_1 + \lambda_2)p}.$$
 (3.83)

Из условия (3.81) имеем:

$$A \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right] = C \exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_2}}R\right],$$

тогда

$$C = A \exp\left[R\left(\sqrt{\frac{p}{a_2}} - \sqrt{\frac{p}{a_1}}\right)\right].$$
 (3.84)

_

Подставляя выражение (3.84) в (3.83), получим

$$A = -\frac{2qR^2}{p\exp\left[-\sqrt{\frac{p}{a_1}}R\right]}\left(\lambda_1\left(\sqrt{\frac{p}{a_1}}R+1\right)+\lambda_2\left(\sqrt{\frac{p}{a_2}}R+1\right)\right)\right).$$

Следовательно, решение (3.78) примет вид [400]

$$T_{1L}(r,p) = \frac{2qR^2}{rp(\lambda_1 + \lambda_2)} - \frac{2qR\exp\left[-(r-R)\sqrt{\frac{p}{a_1}}\right]}{rp(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)\left(\sqrt{p} + \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{R(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}\right)}, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$

Перейдя от изображения к оригиналу и воспользовавшись разложением функции $\operatorname{erfc}(x)$ в ряд при больших значениях τ для первого полуограниченного тела, получим

$$T_{1}(r,\tau) = \frac{2qR^{3}(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}{r\sqrt{\pi}(\lambda_{1}+\lambda_{2})^{2}} \left(\frac{(r-R)(\lambda_{1}+\lambda_{2})}{\sqrt{a_{1}}R(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})}+1\right) \frac{1}{\sqrt{\tau}},$$

$$r > R, \ \tau > 0, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$
 (3.85)

При r = R

$$T_1(R,\tau) = \frac{2qR^2(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2} \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \quad \tau > 0, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$
(3.86)

Таким образом, полученные математические модели (3.68) и (3.85) описывают экспериментальные термограммы на температурновременных интервалах, соответствующих моделям сферического полупространства на стадиях нагрева и остывания с учетом теплоотдачи в материал подложки измерительного зонда [428, 430, 432].

На основании изложенного можно сделать вывод о характере теплового процесса, проходящего в системе изделие–нагреватель–зонд.

3.2. ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА С УЧЕТОМ МНОЖЕСТВА СОСТОЯНИЯ ФУНКЦИОНИРОВАНИЯ ТЕПЛОВОЙ СИСТЕМЫ

Динамика теплового процесса в данной системе будет характеризоваться входным воздействием (мощностью, выделяющейся на единицу площади нагревателя – q), выходной переменной $T(\tau)$, переменными состояния функционирования системы ($h_1, h_2, ..., h_n$). В качестве такой переменной состояния (рис. 3.11) можно выбрать отношение теплового потока q_0 , поступающего в образец, к мощности, выделяющейся на единицу площади нагревателя q, или отношение плотности теплового потока q_3 , поступающего в подложку ИЗ, к мощности, выделяющейся на единицу площади нагревателя q [370, 395, 400, 422].

В общем случае, на каждой экспериментальной термограмме на основании характера поведения переменных состояния функционирования тепловой системы было выделено несколько характерных («рабочих») участков.



Рис. 3.11. Изменение переменных состояния в процессе эксперимента на стадии нагрева при выполнении условий: ε₁ < ε₂, λ₁ > λ₂



Рис. 3.12. Экспериментальная термограмма с выделенными рабочими участками, зафиксированная центральным ТП, для изделия из ПТФЭ $(T^* = T_{\mu} + T, где T_{\mu} - начальная температура, T – избыточная температура)$

Так, например, на термограмме, зафиксированной центральной термопарой для изделия из политетрафторэтилена (ПТФЭ), было выделено восемь участков (рис. 3.12).

Первому (I) участку экспериментальной термограммы (состояние g_1 , рис. 3.11) соответствует формирующееся одномерное температурное поле (можно считать, что тепло распространяется преимущественно вдоль оси *z*, рис. 3.9). Тепловые потоки, поступающие в исследуемое изделие и ИЗ, изменяются во времени, так как нагреватель обладает теплоемкостью, часть теплового потока тратится на нагрев проводов и присутствует термическое сопротивление между нагревателем и изделием:

$$\nabla^2 T \approx \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}, \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial T}{\partial r} \approx 0\right), \quad q_0 = \text{var}, q_0 + q_3 \neq q_3$$

где ∇^2 – оператор Лапласа; q_0 , q_3 – тепловые потоки, поступающие в исследуемое изделие и ИЗ, соответственно.

Второму (II) участку экспериментальной термограммы (состояние g_2) отвечает температурное поле в изделии, близкое к одномерному плоскому (в локальной области нагревателя и TII), где тепловой процесс вышел на стадию регуляризации. Тепловые потоки, поступающие в изделие и ИЗ, практически становятся постоянными, т.е.

$$q_{0} \approx \text{const}, \ q_{0} + q_{3} \approx q, \ \left(\frac{q_{0}}{q_{3}} \approx \frac{\varepsilon_{1}}{\varepsilon_{2}}\right),$$

где ε_1 , ε_2 – тепловые активности материала изделия и материала подложки ИЗ.

Экспериментальная термограмма на II участке описывается математической моделью (3.17) – *Модель А* (модель плоского полупространства)

$$T_{1}(0,\tau) = \frac{2q\sqrt{\tau}}{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})\sqrt{\pi}} - \frac{qc_{\text{H}}}{(\varepsilon_{1}+\varepsilon_{2})^{2}}.$$



Рис 3.13. Второй участок экспериментальной термограммы для изделия из ПТФЭ

Как видно из полученного выражения, на термограмме II участку будет соответствовать прямолинейный отрезок в координатах $T = T\left(\sqrt{\tau}\right)$ (рис. 3.13).

Третьему (III) участку экспериментальной термограммы (состояние g_3) соответствует двухмерное температурное поле в изделии, поскольку нельзя пренебречь распространением тепла в радиальном направлении (вдоль оси *r*). Тепловые потоки, поступающие в изделие и ИЗ, вновь становятся переменными. Для g_3 имеет место:

$$\nabla^2 T \approx \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r}, \quad q_0 = \text{var}, q_3 = \text{var}$$

Четвертый (IV) участок термограммы (состояние g_4) характеризуется локальной регуляризацией тепловых потоков в области нагревателя и ТП. Тепловой поток q_0 становится практически постоянным. В исследуемом изделии формируется температурное поле, близкое к одномерному сферическому (полусферическому). Для g_4 имеет место:

$$q_{o} \approx \text{const}, q_{o} + q_{3} \approx q, \left(\frac{q_{o}}{q_{3}} \approx \frac{\lambda_{1}}{\lambda_{2}}\right),$$

здесь λ₁, λ₂ – коэффициенты теплопроводности материала изделия и материала подложки ИЗ, соответственно.

Термограмма для ТП, расположенного в центре нагревателя, на IV участке описывается математической моделью (3.68) – *Модель В* (сферическое полупространство)

$$T(R,\tau) = \frac{2qR}{\lambda_1 + \lambda_2} \left(1 - \frac{R(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi\tau} (\lambda_1 + \lambda_2)} \right), \quad 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$

Для термограмм, зафиксированных ТП, расположенными на некотором расстоянии от нагревателя, модель, описывающая IV участок, имеет вид

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

Как видно из полученного выражения, на экспериментальной термограмме IV участку будет соответствовать прямолинейный отрезок в координатах $T = T\left(\frac{1}{\sqrt{\tau}}\right)$ (рис. 3.14).



Рис. 3.14. Четвертый участок термограммы для изделия из ПТФЭ

Пятому (V) и шестому (VI) участкам экспериментальной термограммы соответствуют тепловые процессы, в которых тепловой поток q_0 опять становится переменным, т.е. в состояниях g_5 и g_6 :

$$q_0 = \text{var}, q_3 = \text{var}$$

На стадии остывания был выделен седьмой (VII) участок экспериментальной термограммы (рис. 3.12), соответствующий тепловому процессу, который вышел на стадию регуляризации (в локальной области нагревателя и ТП). Тепловой поток q_0 опять становится практически постоянным. Имеет место одномерное температурное поле, близкое к сферическому (полусферическому), т.е. в состоянии g_7 :

$$q_0 \approx \text{const}$$
.

Математическая модель, описывающая VII участок термограммы (для ТП, расположенного в центре нагревателя) – *Модель С*, имеет вид (3.86)

$$T_1(R,\tau) = \frac{2qR^2(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2} \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \quad \tau > 0, \ 0 \le \theta < \frac{\pi}{2}.$$

Для термограмм, зафиксированных ТП, расположенными на некотором расстоянии от нагревателя, модель, описывающая VII участок, имеет вид (3.85)

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

Как видно из полученного выражения на термограмме VII участку будет соответствовать прямолинейный отрезок в координатах

$$T = T\left(\frac{1}{\sqrt{\tau}}\right)$$
 (рис. 3.15).

Восьмому (VIII) участку экспериментальной термограммы соответствует состояние функционирования системы, когда тепловой процесс вновь изменяется.

Таким образом, участки экспериментальной термограммы II, IV и VII – рабочие, так как возможно однозначно определить значения ТФС исследуемого материала в зависимости от параметров математических моделей, описывающих термограмму на данных температурновременных интервалах.

Следует отметить, что чем больше таких характерных участков будет найдено и описано аналитически, тем больше появляется возможностей определить температурно-временные характеристики структурных превращений в исследуемом объекте по аномальным значениям ТФС при изменении температуры, используя различные математические модели, адекватно отражающие процессы теплопере-



Рис. 3.15. Седьмой участок термограммы для изделия из ПТФЭ

носа в определенные интервалы времени. Причем следует учитывать возможность получения в одном опыте ряда термограмм, используя тепловую схему с несколькими термоприемниками.

Полученные модели, описывающие процесс теплопереноса на стадиях регуляризации тепловых потоков, использованы автором в разработанном методе НК температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах [358, 363, 366, 370, 373, 377, 382, 391, 400, 403, 420, 404, 406, 409, 412, 415].

3.3. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАКОНА ДВИЖЕНИЯ ГРАНИЦЫ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА

Аналитически решить задачу теплопереноса в системе (зонд-полимерное тело) при наличии структурного перехода в ПМ, затруднительно, так как неизвестны изменения ТФС исследуемого ПМ в температурном интервале фазового перехода, неизвестен закон движения границы ФП. При разработке математических моделей, позволяющих определять законы движения границ фазовых переходов в ПМ, учитывали, что в ПМ фазовые переходы в отличие от релаксационных происходят при постоянной температуре $T_{\rm n}$. Была использована следующая аналогия: распределение температуры в исследуемом теле от плоского круглого источника тепла постоянной мощности радиуса $R_{\rm nл}$ при $\tau >> 0$ близко к распределению температуры в сферическом полупространстве со сферической полостью радиуса R, через которую осуществляется тепловое воздействие [390].

Рассмотрим задачу о распространении тепла в сферическом пространстве (рис. 3.16). Будем считать, что в начальный момент времени температура тела во всех точках пространства одинакова и равна нулю. В момент времени $\tau = 0$ на сферической поверхности с координатами r = R начинает действовать источник постоянной мощности с

поверхностной мощностью *q*. При температуре $T = T_{\pi}$ материал имеет фазовый переход, сопровождающийся поглощением тепла. Теплота перехода – Q_{π} [Дж/м³].

Теплофизические свойства тела в результате фазового перехода меняются незначительно, т.е. теплопроводность и теплоемкость остаются по обеим сторонам границы фазового перехода одинаковыми. Необходимо найти распределение температуры внутри такого тела в любой момент времени.



Рис. 3.16. Тепловая схема системы с поверхностным сферическим нагревателем

Предварительные замечания. Очевидно, что до тех пор, пока температура в любой точке тела ниже, чем температура фазового перехода, задача будет описываться классическим уравнением теплопроводности в сферических координатах с граничными условиями второго рода на поверхности с координатами r = R.

Постановка задачи:

$$\frac{\partial}{\partial \tau} T(r, \tau) = \frac{a \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial}{\partial r} T(r, \tau) \right) \right)}{r^2}; \quad T(r, 0) = 0;$$
$$\lambda \left(\frac{\partial}{\partial r} T(R, \tau) \right) = -q; \quad T(\infty, \tau) = 0.$$

Решение такой задачи известно и имеет вид:

$$T(r,\tau) = \frac{R^2 q}{\lambda r} \left\{ \operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2} \frac{r-R}{\sqrt{a\tau}}\right) - \exp\left(\frac{r-R}{R} + \frac{a\tau}{R^2}\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2} \frac{r-R}{\sqrt{a\tau}} + \frac{\sqrt{a\tau}}{R}\right) \right\}.$$
(3.87)

Очевидно, что максимальная температура тела всегда будет у поверхности с координатами r = R. Следовательно, можно найти момент времени $\tau_{\text{нп}}$, когда в теле начнется фазовый переход. Затем, подставив $\tau_{\text{нп}}$ в выражение (3.87), возможно найти распределение температурного поля на момент начала фазового перехода. Для этого в выражение (3.87) вместо r необходимо подставить R, а вместо $T(r, \tau)$ – подставить $T = T_{\text{п}}$.

Таким образом, необходимо решить следующее уравнение относительно $\tau_{\mbox{\tiny HII}}$:

$$T_{\rm ff} = \frac{R q \left(1 - \exp\left(\frac{a\tau_{\rm Hff}}{R^2}\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{\sqrt{a\tau_{\rm Hff}}}{R}\right)\right)}{\lambda}.$$
 (3.88)

Представим выражения (3.87) и (3.88) в безразмерном виде. Для этого введем обозначения:

$$Fo = \frac{a\tau}{R^2},$$
(3.89)

$$\zeta = \frac{r}{R} \,. \tag{3.90}$$

Отметим, что из выражения (3.87) следует, что распределение температуры в теле стремится к квазистационарному состоянию при $\tau \rightarrow \infty$. Температурное поле в квазистационарном состоянии описывается выражением:

$$T_{\rm cr}(r) = \frac{q R^2}{\lambda r} \,. \tag{3.91}$$

При этом максимальная температура будет на поверхности с координатами r = R (поверхность, на которой действует источник тепла):

$$T_{\max} = \frac{q R}{\lambda} \,. \tag{3.92}$$

Введя безразмерную величину $\Theta(\zeta, Fo) = \frac{T(r, \tau)}{T_{max}}$, с учетом выра-

жения (3.92), получим

$$\Theta(\zeta, Fo) = \frac{\lambda T(r, \tau)}{q R}.$$
(3.93)

Безразмерное время, соответствующее началу фазового перехода в теле, будет определяться выражением:

$$\operatorname{Fo}_{\rm HII} = \frac{a\,\tau_{\rm HII}}{R^2}\,.\tag{3.94}$$

Безразмерная температура перехода:

$$\Theta_{\rm n} = \frac{\lambda T_{\rm n}}{qR} \,. \tag{3.95}$$

С учетом (3.89) – (3.95) можем переписать выражения (3.87), (3.88) в безразмерной форме:

$$\Theta(\zeta, Fo) = \frac{\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{\zeta-1}{\sqrt{Fo}}\right) - \exp(\zeta-1+Fo)\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{\zeta-1}{\sqrt{Fo}} + \sqrt{Fo}\right)}{\zeta}, \quad (3.96)$$

$$\Theta_{\Pi} = 1 - \exp(FO_{H\Pi}) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{FO_{H\Pi}}\right).$$
(3.97)

После того, как в теле начнется фазовый переход, распределение температуры в теле находится из задачи стефановского типа. При этом начальное распределение температуры будет описываться выражением:

$$T_{0}(r) = \frac{R^{2}q\left(\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{r-R}{\sqrt{a\tau_{\text{HII}}}}\right) - \exp\left(\frac{r-R}{R} + \frac{a\tau_{\text{HII}}}{R^{2}}\right)\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{r-R}{\sqrt{a\tau_{\text{HII}}}} + \frac{\sqrt{a\tau_{\text{HII}}}}{R}\right)\right)}{\lambda r}.$$
(3.98)

В безразмерной форме:

$$\Theta_{0}(\zeta) = \frac{\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{\zeta-1}{\sqrt{\operatorname{Fo}_{H\Pi}}}\right) - \exp(\zeta-1+\operatorname{Fo}_{H\Pi})\operatorname{erfc}\left(\frac{1}{2}\frac{\zeta-1}{\sqrt{\operatorname{Fo}_{H\Pi}}} + \sqrt{\operatorname{Fo}_{H\Pi}}\right)}{\zeta}.$$
 (3.99)

Величины $\tau_{\rm HI}$ и Fo_{HI} определяются из выражений (3.88) и (3.97). Введем обозначения $T_1(r, \tau)$ – распределение температуры в теле в первой фазе, $T_2(r, \tau)$ – распределение температуры во второй фазе. $T_1(r, \tau)$ описывает температурное поле в пределах $R < r < r_{\rm II}(\tau)$, а $T_2(r, \tau)$ – температурное поле в пределах $r_{\rm II}(\tau) < r < \infty$. Здесь $r_{\rm III}(\tau)$ – закон движения границы фазового перехода.

С учетом вышеизложенного постановка задачи имеет вид:

$$\frac{\partial}{\partial \tau} T_{1}(r,\tau) = \frac{a \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r^{2} \frac{\partial}{\partial r} T_{1}(r,\tau) \right) \right)}{r^{2}}, \ R < r < r_{n}(\tau), \ \tau > 0;$$
(3.100)

$$\frac{\partial}{\partial \tau} T_2(r, \tau) = \frac{a \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial}{\partial r} T_2(r, \tau) \right) \right)}{r^2}, \ r_{\Pi}(\tau) < r < \infty, \ \tau > 0; \qquad (3.101)$$

$$T_2(r,0) = T_0(r), \ r > R;$$
 (3.102)

$$\lambda\left(\frac{\partial}{\partial r}T_1(R,\tau)\right) = -q, \ \tau > 0; \qquad (3.103)$$

$$T_2(\infty, \tau) = 0, \ \tau > 0;$$
 (3.104)

$$T_1(r_{\Pi}(\tau), \tau) = T_2(r_{\Pi}(\tau), \tau), \ \tau > 0;$$
 (3.105)

$$\lambda \left(\frac{\partial}{\partial r} T_1(r_{\Pi}(\tau), \tau) \right) - \lambda \left(\frac{\partial}{\partial r} T_2(r_{\Pi}(\tau), \tau) \right) = Q_{\Pi} \left(\frac{\partial}{\partial \tau} r_{\Pi}(\tau) \right), \ \tau > 0.$$
(3.106)

Введем безразмерные величины:

 $\zeta_{\rm m} = \frac{r_{\rm m}}{R}$ – координата границы фазового перехода в безразмерном виде, $\Omega_{\rm m} = \frac{Q_{\rm m} a}{aR}$ – теплота перехода в безразмерном представлении.

Постановка задачи (3.100) – (3.106) в безразмерной форме:

$$\frac{\partial}{\partial F_{0}}\Theta_{1}(\zeta,F_{0}) = \frac{\frac{\partial}{\partial \zeta} \left(\zeta^{2} \frac{\partial}{\partial \zeta}\Theta_{1}(\zeta,F_{0})\right)}{\zeta^{2}}, F_{0} > 0, 1 < \zeta < \zeta_{\pi}; \quad (3.107)$$

$$\frac{\partial}{\partial Fo}\Theta_{2}(\zeta,Fo) = \frac{\frac{\partial}{\partial \zeta} \left(\zeta^{2} \frac{\partial}{\partial \zeta}\Theta_{2}(\zeta,Fo)\right)}{\zeta^{2}}, Fo > 0, \zeta_{\pi} < \zeta < \infty; \quad (3.108)$$

$$\Theta_2(\zeta, 0) = \Theta_0(\zeta), \ \zeta > 1;$$
 (3.109)

$$\frac{\partial}{\partial \zeta} \Theta_1(1, \text{Fo}) = -1, \text{ Fo} > 0; \qquad (3.110)$$

$$\Theta_2(\infty, Fo) = 0$$
, Fo > 0; (3.111)

$$\Theta_1(\zeta_{\pi}(Fo), Fo) = \Theta_2(\zeta_{\pi}(Fo), Fo), Fo > 0;$$
 (3.112)

$$\left(\frac{\partial}{\partial\zeta}\Theta_{1}(\zeta_{\pi}(Fo),Fo)\right) - \left(\frac{\partial}{\partial\zeta}\Theta_{2}(\zeta_{\pi}(Fo),Fo)\right) = \Omega_{\pi}\left(\frac{\partial}{\partial Fo}\zeta_{\pi}(Fo)\right), Fo > 0.$$
(3.113)

Задача (3.107) – (3.113) является задачей стефановского типа. В такой постановке функция $\zeta_{\pi} = f(Fo)$ – свободная граница, которая не задана и подлежит определению вместе с $\Theta_1(\zeta, Fo)$ и $\Theta_2(\zeta, Fo)$.

Решение подобной задачи сильно упрощается, если известен закон движения свободной границы $\zeta_{\pi} = f(Fo)$. В данной постановке задачи есть еще одна сложность, которая связана с определением начального распределения температуры, так как значение Fo_{нп} в выражении (3.97) представлено в неявном виде, а начальное распределение записано в виде достаточно сложной функции.

Для упрощения задачи будем считать, что поверхность с координатой r = R достигает температуры фазового перехода при больших значениях Fo. Toгда, используя асимптотическое разложение erfc(x) при больших *x*, ограничившись первым членом этого разложения вместо (3.97), можем записать:

$$\Theta_{\Pi} = 1 - \frac{1}{\sqrt{\mathrm{Fo}_{\Pi\Pi}}} \sqrt{\pi} \ . \tag{3.114}$$

Определим Fo_{нп}:

Fo_{HII} =
$$\frac{1}{(1 - \Theta_{II})^2 \pi}$$
. (3.115)

Применив аналогичные преобразования для (3.87) получим:

$$\Theta = 1 - \frac{\zeta - 1}{\sqrt{\pi}\sqrt{Fo}} - \frac{\sqrt{Fo}}{\sqrt{\pi} \left(\frac{1}{2}\zeta - \frac{1}{2} + Fo\right)}.$$
 (3.116)

Подставив в выражение (3.116) значение $Fo_{H\Pi}$, найденное из зависимости (3.115), определим начальное распределение температуры на момент достижения поверхностью $\zeta = 1$ (при r = R) температуры перехода Θ_{Π} , т.е. определим вид функции в правой части выражения (3.109).

С учетом ряда упрощений, начальное условие (3.109) в задаче (3.107) – (3.113) будет иметь вид:

$$\Theta_{2}(\zeta,0) = \frac{1 - \Theta_{\pi}}{\frac{1}{2}(\zeta - 1)(1 - \Theta_{\pi})^{2} + 1}{\zeta}$$
(3.117)

или

$$\Theta_{2}(\zeta,0) = \frac{1 - (1 - \Theta_{\pi}) \left(\frac{1}{\frac{1}{2} (\zeta - 1) (1 - \Theta_{\pi})^{2} + 1} - \zeta + 1 \right)}{\zeta}.$$
 (3.118)

Для определения закона движения границы фазового перехода в задаче (3.107) – (3.113) можно применить два варианта преобразований.

Вариант 1. Считаем, что закон движения границы $\Phi\Pi$ такой же, как закон движения изотермы с температурой T_{Π} в случае отсутствия перехода. В результате получено выражение:

$$\Theta_{\pi} = \frac{1}{\zeta_{\pi}} \left\{ 1 - \frac{\zeta_{\pi} - 1}{\sqrt{\pi}\sqrt{Fo^{*}}} - \frac{\sqrt{Fo^{*}}}{\sqrt{\pi} \left(\frac{1}{2}\zeta_{\pi} - \frac{1}{2} + Fo^{*}\right)} \right\}, \quad (3.119)$$

где Fo^{*} = Fo+ $\frac{1}{\pi (1 - \Theta_{\pi})^2}$.

Решение этого уравнения имеет вид:

$$\begin{aligned} \zeta_{\Pi}(Fo) &= \frac{1}{2} \left(-2\Theta_{\Pi} \pi Fo^{*2} + \pi Fo^{*} - 2\sqrt{\pi} Fo^{*3/2} + 2\sqrt{\pi} Fo^{*1/2} + \Theta_{\Pi} \pi Fo^{*} + \\ &+ \left[\pi^{2} Fo^{*2} - 2\Theta_{\Pi} \pi^{2} Fo^{*2} + 4\Theta_{\Pi} \pi^{2} Fo^{*3} + \Theta_{\Pi}^{2} \pi^{2} Fo^{*2} - 2\Theta_{\Pi} \pi^{3/2} Fo^{*5/2} + \\ &+ 8\Theta_{\Pi} \pi^{3/2} Fo^{*7/2} + 4\pi Fo^{*3} - 8\pi Fo^{*2} + 4\Theta_{\Pi}^{2} \pi^{2} Fo^{*4} - 4\Theta_{\Pi}^{2} \pi^{2} Fo^{*3} + \\ &+ 4\pi^{3/2} Fo^{*5/2} \right]^{1/2} \right) / \left(4\Theta_{\Pi}^{2} \pi^{2} Fo^{*} + \sqrt{\pi} Fo^{*1/2} \right). \end{aligned}$$

$$(3.120)$$

Выражение (3.120) имеет достаточно сложный вид для применения его на практике. Для получения более простого выражения введем дополнительные упрощения.

Случай 1. Пренебрегаем в выражении (3.119) величинами $\frac{\zeta_{\pi} - 1}{\sqrt{\pi}\sqrt{Fo^*}}$ и $\frac{1}{2}\zeta_{\pi} - \frac{1}{2}$. Решение имеет вид:

$$\zeta_{\pi} (Fo) = \frac{\sqrt{Fo \pi (1 - \Theta_{\pi})^2 + 1} - 1 + \Theta_{\pi}}{\Theta_{\pi} \sqrt{Fo \pi (1 - \Theta_{\pi})^2 + 1}} .$$
(3.121)

Случай 2. Предположим, что $\zeta_{\pi} - 1 < \text{Fo}$. Пренебрегаем в выражении (3.119) величиной $\frac{1}{2}\zeta_{\pi} - \frac{1}{2}$. Решение имеет вид:

$$\zeta_{\pi}(Fo) = \frac{\sqrt{Fo \pi (1 - \Theta_{\pi})^2 + 1}}{\Theta_{\pi} \sqrt{Fo \pi (1 - \Theta_{\pi})^2 + 1} - \Theta_{\pi} + 1}.$$
 (3.122)

Вариант 2. Закон движения границы ФП должен удовлетворять следующим условиям.

Условие 1. В момент времени Fo = 0 координата границы перехода должна соответствовать $\zeta_{\pi} = 1$.

Условие 2. Как уже отмечалось выше, в задаче без перехода в теле возникает квазистационарное температурное поле, определяемое выражением (3.91) или в безразмерном виде:

$$\Theta_{\rm cr}(\zeta) = \frac{1}{\zeta} \,. \tag{3.123}$$

Очевидно, что подобное квазистационарное распределение температуры соответствует и случаю с ФП. При Fo $\rightarrow \infty$ координата перехода должна принимать значение:

$$\zeta_{\Pi} = \frac{1}{\Theta_{\Pi}} \,. \tag{3.124}$$

Примечание.

Условие 2 очевидно для случая ФП, сопровождающегося поглощением тепла. Если ФП сопровождается выделением тепла, необходимы дополнительные выкладки.

Условие 3. Граница фазового перехода будет отставать от движения границы изотермы с температурой, соответствующей фазовому переходу, в задаче без фазового перехода, когда переход идет с поглощением тепла и двигаться быстрее, когда переход идет с выделением тепла.

Для получения закона движения границы фазового перехода предлагается подобрать вид функции с варьируемыми параметрами. Функция должна удовлетворять *условиям 1* и *2 варианта 2*.

В качестве искомых функций можно предложить следующие: По *варианту 1* на основании выражений (3.121) и (3.122):

$$\zeta_{\Pi}(Fo) = \frac{\left(Fo\pi(1-\Theta_{\Pi})^{2} + m^{1/\kappa}\right)^{\kappa} - (1-\Theta_{\Pi})m}{\Theta_{\Pi}\left(Fo\pi(1-\Theta_{\Pi})^{2} + m^{1/\kappa}\right)^{\kappa}}, \kappa > 0, m > 0, \quad (3.125)$$

$$\zeta_{\Pi}(\mathrm{Fo}) = \frac{\left(\mathrm{Fo}\,\pi(1-\Theta_{\Pi})^2 + m^{1/\kappa}\right)^{\kappa}}{\Theta_{\Pi}\left(\mathrm{Fo}\,\pi(1-\Theta_{\Pi})^2 + m^{1/\kappa}\right)^{\kappa} + (1-\Theta_{\Pi})m}, \, \kappa > 0, \, m > 0. \quad (3.126)$$

По варианту 2:

$$\zeta_{\Pi} \left(\operatorname{Fo} \right) = \frac{\operatorname{Fo}^{\kappa} + m}{\Theta_{\Pi} \operatorname{Fo}^{\kappa} + m}, \quad \kappa > 0, \, m > 0.$$
(3.127)

Подбор варьируемых параметров к и *т* найденных функций осуществляется таким образом, чтобы удовлетворялось *условие 3* при наилучшем приближении к данным, полученным в результате численного решения задачи (3.107) – (3.113).

Выводы

1. Предложена физическая модель измерительного устройства для НК температурно-временных характеристик структурных переходов в полимерах и композиционных материалах на их основе. Измерительный зонд снабжен плоским круглым источником тепла постоянной мощности и несколькими термоприемниками.

2. С применением многомодельного подхода к анализу и аналитическому описанию тепловой системы разработаны математические модели нестационарного теплопереноса в объектах контроля при локальной регуляризации тепловых потоков в области действия плоского круглого нагревателя постоянной мощности при нагреве и остывании на основе решений краевых задач теплопроводности (модели плоского и сферического полупространств).

3. Разработаны математические модели, позволяющие определять закон движения границы фазового перехода в полимерном материале неразрушающим способом с использованием выносного измерительного зонда по температурным откликам на тепловое воздействие.

Глава 4

РАСЧЕТНЫЕ ВЫРАЖЕНИЯ И ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

4.1. РАСЧЕТНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ, РЕАЛИЗУЕМЫЕ ПРИ НЕРАЗРУШАЮЩЕМ КОНТРОЛЕ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ПО МОДЕЛИ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

Обозначим $\varepsilon_1 = \varepsilon$, $\varepsilon_2 = \varepsilon'$ и $z = \sqrt{\tau}$. Преобразуем полученное ранее выражение (3.17) к виду:

$$T(0,z) = d_1 z + d_0. (4.1)$$

Здесь

$$d_1 = \frac{E}{(\varepsilon + \varepsilon')}, \qquad (4.2)$$

$$d_0 = -\frac{F}{\left(\epsilon + \epsilon'\right)^2}, \qquad (4.3)$$

 $E = \frac{2q}{\sqrt{\pi}}$, $F = qc_{\rm H}$, ε' – параметры ИИС, определяемые режимами

опыта, а также ТФС материалов нагревателя и подложки зонда.

Для расчета текущих значений коэффициентов ε_i^* , d_{1i} и d_{0i} термограмму разобьем на интервалы с номерами точек 1 ... k; 2 ... k + 1; n - k + 1 ... n, где k – количество точек в интервале, целое положительное нечетное число ($k \ge 3$); n – количество точек в термограмме; i – номер интервала [370, 386, 391, 400].

Из уравнения (4.2) получим соотношение для вычисления текущих значений коэффициента ε^* по каждому интервалу термограммы:

$$\varepsilon_i^* = \frac{E}{d_{1i}} - \varepsilon' , \qquad (4.4)$$

где

$$E = \frac{d_{11}d_{12}}{d_{12} - d_{11}} \left(\epsilon_{01} - \epsilon_{02} \right), \ \epsilon' = \frac{\epsilon_1 d_{11} - \epsilon_2 d_{12}}{d_{12} - d_{11}}, \tag{4.5}$$

$$d_{1i} = \begin{bmatrix} \sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_j(z_j - \overline{z}_i) \\ \sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} \end{bmatrix}^{-1} \left[\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_j(z_j - \overline{z}_i)^2 \right]^{-1}, \quad (4.6)$$

$$\bar{z}_i = \frac{1}{k} \sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} z_j , \qquad (4.7)$$

 d_{1i} – текущие значения параметра d_1 ; d_{11} , d_{12} , ε_{01} , ε_{02} – параметры d_1 и тепловые активности образцовых мер, соответственно.

Текущие значения параметра d_{0i} определяются по соотношению:

$$d_{0i} = \overline{T}_s - d_{1i}\overline{z}_i , \qquad (4.8)$$

где

$$\overline{T}_{s} = \frac{1}{k} \sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_{j} , \qquad (4.9)$$

 T_s – средняя температура изделия из k текущих в каждом интервале измерений; T_j – температура на j-м шаге измерения.

Уравнение (4.1) соответствует второму рабочему участку термограммы, зафиксированной в центре нагревателя. По отклонениям ε_i^* в узком температурно-временном интервале от теоретических зависимостей $\varepsilon_i^* = f(T_s)$ и $\varepsilon_i^* = f(\tau)$ определяют температурно-временные интервалы возможных структурных превращений (Первый метод НК структурных превращений в ПМ) [391].

Дисперсии текущих значений параметров d_{1i} и d_{0i} на рабочем участке в случае отсутствия структурного перехода будут постоянными. Оценки дисперсий значений параметров d_{1i} и d_{0i} рассчитывают по формулам [391]:

$$S_{d_{1i}}^{2} = \frac{S_{Ti}^{2}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} \left(\sqrt{j\Delta\tau} - \bar{z}_{i}\right)^{2}},$$
(4.10)

$$S_{d_{0i}}^{2} = S_{Ti}^{2} \cdot \left(\frac{\frac{1}{k} + \frac{\overline{z}_{i}^{2}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} (\sqrt{j\Delta\tau} - \overline{z}_{i})^{2}}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} (\sqrt{j\Delta\tau} - \overline{z}_{i})^{2}}\right), \quad (4.11)$$

rge $S_{Ti}^{2} = \frac{1}{k-2} \left\{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} (T_{j} - \overline{T}_{i})^{2} - \frac{\left[\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_{j} \left(\sqrt{j\Delta\tau} - \overline{z}_{i}\right)\right]^{2}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} (\sqrt{j\Delta\tau} - \overline{z}_{i})^{2}}\right\}, \quad \Delta\tau - \text{npo-}$

межуток времени, через который производятся измерения; $S_{T_i}^2$ – оценка дисперсии значений T_i . Если в исследуемом полимерном материале происходит структурный переход, который сопровождается тепловым эффектом, то значения текущих параметров d_{1i} и d_{0i} существенно изменяются в узких временном и температурном интервалах. Построив зависимость одного из текущих параметров d_{1i} , d_{0i} (или их дисперсий $S_{d_{1i}}^2$, $S_{d_{0i}}^2$) от температуры изделия (T_s), по характерным пикам определяют температурные интервалы структурных переходов в полимерном материале без проведения калибровки ИИС (Второй метод НК структурных превращений в ПМ) [370, 391, 407, 408].

4.2. РАСЧЕТНЫЕ ВЫРАЖЕНИЯ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДА НЕРАЗРУШАЮЩЕГО ТЕПЛОФИЗИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО МОДЕЛИ СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

4.2.1. СТАДИЯ НАГРЕВА

Преобразуем выражение (3.68) к виду:

$$T(r,\tau) = b_1 t + b_0$$
, (4.12)

где
$$t = \frac{1}{\sqrt{\tau}}, \ b_0 = \frac{2qR^2}{(\lambda_1 + \lambda_2)r}, \ b_1 = -\left(\frac{2qR^2(r-R)}{\sqrt{\pi}\sqrt{a_1}r(\lambda_1 + \lambda_2)} + \frac{2qR^3(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi}\sqrt{a_1}r(\lambda_1 + \lambda_2)^2}\right).$$

Обозначим: $A = \frac{2q\sqrt{\pi}R}{r}; \ B = \frac{2qR^2}{r}; \ C = \frac{(r-R)}{\sqrt{\pi}}; \ \lambda_1 = \lambda; \ \lambda_2 = \lambda';$

 $\varepsilon_1 = \varepsilon; \varepsilon_2 = \varepsilon'.$

Параметры *A*, *B*, *C*, λ' , ε' – постоянные прибора, учитывающие конструктивные особенности устройства и режимы опыта; λ , ε – теплопроводность и тепловая активность исследуемого тела [391, 400].

Учитывая, что
$$a = \frac{\lambda^2}{\epsilon^2}$$
:
 $b_1 = -\left(\frac{CB\epsilon}{(\lambda + \lambda')\lambda} + \frac{B^2(\epsilon + \epsilon')}{A(\lambda + \lambda')^2}\right),$ (4.13)

 $b_0 = \frac{B}{\lambda + \lambda'}.$ (4.14)

Постоянные прибора определяются из градуировочных экспериментов, значения коэффициентов b_0 и b_1 – по термограммам методом наименьших квадратов. Используя формулу (4.14), текущие значения теплопроводности λ_n^* для *n*-й термопары определяют по зависимости:

$$\lambda_n^* = \frac{B_n}{b_{0i_n}} - \lambda_n'. \tag{4.15}$$

Здесь:

$$B_n = \frac{b_{01_n} b_{02_n}}{b_{02_n} - b_{01_n}} (\lambda_{01} - \lambda_{02}); \quad \lambda'_n = \frac{\lambda_{01_n} b_{01_n} - \lambda_{02_n} b_{02_n}}{b_{02_n} - b_{01_n}}; \quad (4.16)$$

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

Для поверхностного слоя при r = R выражения (4.13), (4.14) упрощаются и принимают вид:

$$b_0 = \frac{B}{\lambda + \lambda'}, \quad b_1 = -\frac{B^2(\varepsilon + \varepsilon')}{A(\lambda + \lambda')^2},$$

где $A = 2q\sqrt{\pi}$, B = 2qR.

Выражения для вычисления текущих значений тепловой активности ε^* и постоянных прибора по модели сферического полупространства на стадии нагрева при *r* = *R*, следующие [370, 400]:

$$\varepsilon_i^* = -\frac{b_{1i}}{b_{0i}^2} A - \varepsilon', \qquad (4.17)$$

$$A = \frac{b_{02}^2 b_{01}^2}{b_{12} b_{01}^2 - b_{11} b_{02}^2} (\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02}), \quad \varepsilon' = \frac{\varepsilon_{01} b_{01}^2 b_{12} - \varepsilon_{02} b_{02}^2 b_{11}}{b_{02}^2 b_{11} - b_{01}^2 b_{12}}, \quad (4.18)$$

здесь: b_{0i} , b_{1i} – текущие значения коэффициентов; ε_{01} , ε_{02} , λ_{01} , λ_{02} – тепловые активности и теплопроводности исследуемого материала и образцовых мер; b_{01} , b_{02} , b_{11} , b_{12} – коэффициенты, определенные из термограмм, снятых на образцовых мерах.

Дисперсии текущих параметров b_{0i} , b_{1i} для каждого интервала оцениваются по следующим формулам [370, 400]:

$$S_{b_{1i}}^{2} = \frac{S_{T_{i}}^{2}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} \left(\frac{1}{\sqrt{j\Delta\tau}} - \overline{z}_{i}\right)^{2}},$$
(4.19)

$$S_{b_{0i}}^{2} = S_{Ti}^{2} \cdot \left(\frac{\frac{1}{k} + \frac{\bar{z}_{i}^{2}}{\frac{1}{i + \frac{(k-1)}{2}}}}{\sum_{j=i-\frac{(k-1)}{2}}^{2} \left(\frac{1}{\sqrt{j\Delta\tau}} - \bar{z}_{i}\right)^{2}} \right),$$
(4.20)

$$S_{T_{i}}^{2} = \frac{1}{k-2} \left\{ \sum_{\substack{j=i-\frac{(k-1)}{2}\\j=i-\frac{(k-1)}{2}}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} (T_{j}^{*} - \overline{T}_{i}^{*})^{2} - \frac{\left[\sum_{\substack{j=i-\frac{(k-1)}{2}\\j=i-\frac{(k-1)}{2}}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_{j}^{*} \left(\frac{1}{\sqrt{j\Delta\tau}} - \overline{z}_{i}\right)^{2}\right]^{2}}{\sum_{\substack{j=i-\frac{(k-1)}{2}}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} \left(\frac{1}{\sqrt{j\Delta\tau}} - \overline{z}_{i}\right)^{2}} \right\}, \quad (4.21)$$

$$\overline{z}_{i} = \frac{1}{k} \sum_{\substack{j=i-\frac{(k-1)}{2}}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} (1/\sqrt{j\Delta\tau}), \quad \overline{T}_{i} = \frac{1}{k} \sum_{\substack{j=i-\frac{(k-1)}{2}}}^{i+\frac{(k-1)}{2}} T_{j}^{*},$$

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

4.2.2. СТАДИЯ ОСТЫВАНИЯ

Представим расчетное выражение (3.86) в виде:

$$T(R,\tau) = ht , \qquad (4.22)$$

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

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

$$\mu = \frac{h}{D}.$$

Постоянную прибора *D* находят из градуировочного эксперимента на образцовой мере:

$$D = \frac{h_0}{\mu_0},$$
 (4.23)

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

Выражение для вычисления текущих значений μ^* при *r* = *R*:

$$\mu_i^* = \frac{h_i}{D},\tag{4.24}$$

где h_i – текущие значения коэффициента (определяют по термограмме методом наименьших квадратов).

Дисперсия величины $S_{h_i}^2$ находится аналогично дисперсии $S_{h_i}^2$. [400].

4.3. ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЦИИ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Для контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах разработанные методы включают: 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 ИИС [370, 386, 391, 400].

Первый метод предполагает фиксирование структурных превращений по аномалиям ТФС в узких температурном и временном интервалах с изменением интенсивного параметра (температуры или времени) и предусматривает проведение градуировки ИИС по двум образцовым мерам. Метод включает в себя следующие этапы.

1. Градуировка ИИС: получение термограмм на двух образцах с известными ТФС; определение рабочих участков термограмм; расчет постоянных ИИС.

2. Фиксирование термограмм на исследуемом образце. Определение рабочих участков каждой термограммы. Для расчета текущих значений коэффициентов d_0 , d_1 , 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 d_{0i} , d_{1i} , b_{0i} , b_{1i} , h_i и T_s . Здесь T_s – средняя температура изделия из k текущих пошаговых измерений. Вычисление текущих значений ТФС (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: $\varepsilon^* = f(\tau)$, $\lambda^* = f(\tau)$, $\mu^* = f(\tau)$.

3. Фиксирование температурно-временных параметров структурных превращений, которые сопровождаются аномальными измене-
ниями ТФС 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).

Второй метод не требует проведения градуировочных экспериментов и может быть использован для экспресс-контроля [391, 400].

В области структурных превращений наблюдаются аномалии, выражающиеся в скачках и разрывах на зависимостях ТФС от температуры (или времени), которые могут быть зафиксированы по изменениям текущих параметров d_{0i} , d_{1i} , b_{0i} , b_{1i} , h_i моделей (4.1), (4.8) и (4.11).

Построив зависимость между одним из параметров d_{0i} , d_{1i} , b_{0i} , b_{1i} , h_i и температурой, по характерным пикам определяют температурные интервалы структурных превращений в ПМ без проведения градуировки.

Будем рассматривать модели (4.1), (4.8) и (4.11) 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 ПМ происходит, например, твердофазное превращение из одной кристаллографической модификации в другую, которое сопровождается тепловым эффектом, то величины дисперсий коэффициентов d_{0i} , d_{1i} , b_{0i} , b_{1i} и h_i будут резко изменяться в достаточно узких временных и температурных интервалах.

Фиксирование аномалий на кривых зависимостей дисперсий $(S_{d_{0i}}^2, S_{d_{1i}}^2, S_{b_{0i}}^2, S_{h_i}^2)$ от температуры позволяет проводить экс-пресс-анализ экспериментальных данных при выборе режимных параметров работы ИИС.

4.4. ОЦЕНКА АДЕКВАТНОСТИ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ ПЛОСКОГО И СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВ РЕАЛЬНЫМ ТЕПЛОВЫМ ПРОЦЕССАМ

4.4.1. МОДЕЛЬ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

Выражение, определяющее развитие температурного поля от круглого ограниченного плоского нагревателя в полупространстве, имеет весьма сложный вид и малопригодно для использования при реализации метода НК. Для получения математической модели, описывающей процесс распространения тепла в исследуемой системе, модель с плоским круглым нагревателем постоянной мощности радиусом $R_{nл}$ заменена на модель с бесконечным плоским нагревателем, что позволило получить простое расчетное соотношение, описывающее экспериментальную термограмму на II участке (модель A) [339, 370, 400].

Уравнение, описывающее изменение избыточной температуры в центре плоского круглого источника тепла постоянной мощности при действии этого источника в системе двух полуограниченных тел, полученное по модели плоского полупространства, имеет вид:

$$T(0,\tau) = \frac{2q\sqrt{\tau}}{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)\sqrt{\pi}} - \frac{qc_{\rm H}}{(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)^2}.$$
(4.25)

На рисунке 4.1 представлены термограммы, построенные с использованием пакета ELCUT (кривая *1*) и по модели (4.25) (кривая *2*). Численные значения величин ρ , ϵ и λ соответствовали данным: $\rho_1 = \rho_2 = 2200 \text{ кг/m}^3$; $\epsilon_1 = \epsilon_2 = 743 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_1 = \lambda_2 = 0.25 \text{ Bt/(m·K)}$.

Плотность теплового потока, создаваемого плоским круглым нагревателем с $R_{nn} = 0,004$ м, соответствовала q = 5000 BT/m².



Рис. 4.1. Термограммы, построенные для системы двух полуограниченных тел с одинаковыми ТФС без учета теплоемкости нагревателя. В плоскости контакта действует: *I* – плоский круглый нагреватель (численное моделирование);

2 – бесконечный плоский нагреватель, расчеты выполнены с использованием математической модели (4.25)



Зависимость относительной погрешности δ_T отклонения температуры T от времени τ , которая обусловлена различием математических моделей и определена по формуле $\delta_T = \frac{2(T_1 - T_2)}{T_1 + T_2} 100\%$, представлена на рис. 4.3.

На рабочем участке термограммы относительная погрешность δ_T не превышает 2%.



Рис. 4.3. Зависимость $\delta_T = f(\tau)$



Рис. 4.5. Температурное поле (*T*) от плоского круглого нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальной теплоизоляции между ними при следующих условиях: $\tau = 10 \text{ с; } R_{nn} = 0,004 \text{ м; } q = 5000 \text{ BT/m}^2; \ \lambda_1 = 0,27 \text{ BT/(M·K); } c_1 = 1005 \text{ Дж/(кг·K);}$ $\rho_1 = 2200 \text{ кг/m}^3; \ \lambda_2 = 0,028 \text{ BT/(M·K); } c_2 = 1270 \text{ Дж/(кг·K);}$ $\rho_2 = 50 \text{ кг/m}^3; \text{ шаг изотерм 0,5 K}$

Для случая, когда контактирующие полуограниченные тела имеют разные ТФС (например, исследуемое тело из ПТФЭ, а подложка ИЗ из Рипора), построены термограммы и определена величина δ_T (рис. 4.2 и 4.4). Расчеты выполнены при следующих условиях: $q = 5000 \text{ Вт/m}^2$; $R_{n\pi} = 0,004 \text{ м}$; $c_1 = 1005 \text{ Дж/(кг·K)}$; $c_2 = 1270 \text{ Дж/(кг·K)}$; $\rho_1 = 2200 \text{ кг/m}^3$; $\rho_2 = 50 \text{ кг/m}^3$; $\lambda_1 = 0,27 \text{ Вт/(м·K)}$; $\epsilon_1 = 743,47 \text{ Вт·c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_2 = 0,028 \text{ Вт/(м·K)}$; $\epsilon_2 = 42,17 \text{ Вт·c}^{0.5} \cdot \text{M}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$.

Относительная погрешность δ_T отклонения температуры *T* (рис. 4.4) на II участке термограммы не превышает 3% [385, 396, 400, 425].

Таким образом, результаты расчетов, представленные на рис. 4.3 и рис. 4.4, позволяют рекомендовать применение математической модели (3.17) на II участке термограммы в методах НК ТФС [400] и НК структурных превращений в ПМ [425]. Визуализация температурных полей и поля плотности тепловых потоков в системе исследуемое изделие–зонд при малых значениях τ представлена на рис. 4.6 – 4.8. Поля построены численным моделированием [303, 304] с помощью пакета ELCUT [305].



Рис. 4.6. Поле плотности тепловых потоков от плоского круглого нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальной теплоизоляции между ними (П участок термограммы)





a – τ = 10 c; *R*_{пл} = 0,004 м; *q* = 5000 BT/M²; $\lambda_1 = \lambda_2 = 0,27$ BT/(M·K); *c*₁ = *c*₂ = 1005 Дж/(кг·K); $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 743,47$ BT·c^{0.5}·m⁻²·K⁻¹; $\rho_1 = \rho_2 = 2200$ кг/м³; шаг изотерм 0,5 K; δ – = 10 c; *R*_{пл} = 0,004 м; *q* = 5000 BT/M²; $\lambda_1 = 0,27$ BT/(M·K); *c*₁ = 1005 Дж/(кг·K); $\rho_1 = 2200$ кг/м³; $\lambda_2 = 0,028$ BT/(M·K); *c*₂ = 1270 Дж/(кг·K); $\rho_2 = 50$ кг/м³; шаг изотерм 0,5 K

4.4.2. МОДЕЛЬ СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА. СТАДИЯ НАГРЕВА

Для получения математической модели, описывающей процесс распространения тепла в исследуемой системе на стадии нагрева при больших значениях τ , плоский круглый нагреватель постоянной мощности заменен эквивалентным ему поверхностным сферическим, что позволило получить простые расчетные соотношения, описывающие термограмму на IV участке [339, 340, 370, 400].

Получено расчетное выражение (3.68), в которое входит параметр R, представляющий собой эквивалентный радиус поверхностного сферического нагревателя, создающего в исследуемой системе температурное поле, близкое к температурному полю от плоского круглого источника тепла радиусом R_{nn} .

Для определения условий адекватности модели сферического полупространства реальному тепловому процессу, необходимо найти такое соотношение радиусов R_{nn} и R, при котором температурные поля, создаваемые круглым плоским и сферическим поверхностным нагревателями, будут идентичными.

Нагревателем в единицу времени генерируется суммарное количество теплоты Q. Плотность теплового потока, поступающего в изделие и зонд от плоского круглого источника тепла постоянной мощности, $-q = Q/S_{nn}$, где $S_{nn} = \pi R_{nn}^2$ – площадь поверхности нагревателя. Плотность теплового потока от поверхностного сферического источника тепла – $q^* = Q/S$, где $S = 4\pi R^2$ – площадь поверхности сферического нагревателя. При условии равенства величин плотностей тепловых потоков от круглого плоского и поверхностного сферического источников тепла, соотношение радиусов нагревателей будет равно

$$\frac{R_{\rm nn}}{R} = 2. \tag{4.26}$$

Воспользуемся данным соотношением радиусов для сравнения расчетного соотношения, полученного при реализации модели распространения тепла в сферическом полупространстве для IV участка экспериментальной термограммы, с решением краевой задачи нестационарной теплопроводности для системы двух полуограниченных тел при наличии в плоскости их контакта плоского круглого источника тепла постоянной мощности, полученным В.П. Козловым [122].

Также воспользуемся численным моделированием двухмерных полей методом конечных элементов с помощью пакета ELCUT [305].

Закон изменения избыточной температуры в центре плоского круглого источника тепла постоянной мощности, при действии этого

источника в системе двух полуограниченных тел с одинаковыми ТФС, имеет вид

$$T = \frac{q\sqrt{\tau}}{\varepsilon} \left(\frac{1}{\sqrt{\pi}} - \operatorname{ierfc} \left[\frac{R_{\pi\pi}}{2\sqrt{a\tau}} \right] \right).$$
(4.27)

Решение, полученное автором для поверхностного сферического источника тепла на стадии нагрева при r = R и плотности теплового потока q^*

$$T(R,\tau) = \frac{2qR}{(\lambda_1 + \lambda_2)} - \frac{2qR^2(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2} \frac{1}{\sqrt{\tau}}.$$
(4.28)

В критериальной форме, с учетом условия (4.26), решения (4.27) и (4.28) запишутся следующим образом:

$$T = \frac{qR_{\rm m}\sqrt{\rm Fo}}{\lambda} \left(\frac{1}{\sqrt{\pi}} - \text{ierfc}\left[\frac{1}{2\sqrt{\rm Fo}}\right]\right),\tag{4.29}$$

$$T(\text{Fo}) = \frac{qR_{\Pi\Pi}}{(\lambda_1 + \lambda_2)} - \frac{qR_{\Pi\Pi}(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)\sqrt{a_1}}{2\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2\sqrt{\text{Fo}}}.$$
(4.30)



Рис. 4.8. Термограммы, построенные для системы теплового контакта двух полуограниченных тел с одинаковыми ТФС. В плоскости контакта действует:

1 – плоский круглый нагреватель, расчеты выполнены по зависимости
 (4.29), (a, б); 2 – плоский круглый нагреватель, численное моделирование, (a);
 3 – сферический поверхностный нагреватель, расчеты выполнены с использованием математической модели (4.30), (б)

По математическим моделям (4.29), (4.30) и с использованием пакета ELCUT выполнены расчеты и построены термограммы, представленные на рис. 4.8 при следующих условиях: $q = 5000 \text{ Bt/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 0,004 \text{ m}$; R = 0,002 m; $a_1 = 0,113^{-6} \text{ m}^2/\text{c}$; $\varepsilon = \varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 743,47 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda = \lambda_1 = \lambda_2 = 0,27 \text{ Bt/(m·K)}$.

Термограммы, построенные с использованием модели плоского круглого источника тепла по формуле (4.27) и с помощью пакета ELCUT, отличаются менее чем на 1%. Зависимость относительной погрешности $\delta_T = \frac{T_1 - T_3}{T_1} \cdot 100\%$ отклонения температуры T от

Fo = $a\tau/R_n^2$, обусловленной различием математических моделей распространения тепла от плоского круглого и поверхностного сферического нагревателей, представлена на рис. 4.9.

При значениях Fo > 2 относительная погрешность δ_T не превышает 1%. Для случая, когда контактирующие полуограниченные тела имеют разные ТФС, пользуясь пакетом ELCUT, проведем численные расчеты по модели распространения тепла от плоского круглого нагревателя. Для случая распространения тепла от поверхностного сферического нагревателя воспользуемся полученными математическими моделями (3.68) и (4.30).

Запишем решение (3.68) с учетом условия (4.26) в безразмерном (критериальном) виде. Определим общепринятые критерии:



Рис. 4.9. Зависимость $\delta_T = f(Fo)$

Введем критерий $K_r = \frac{r}{R_{nn}}$, определяющий относительное рас-

стояние произвольной точки исследуемого тела от начала координат.

$$T(K_r, \text{Fo}) = \frac{qR_{\Pi\Pi}}{2\lambda_1\sqrt{\pi}(1+K_{\lambda}^{-1})\sqrt{\text{Fo}}} \left(\frac{1}{2K_r} - 1 - \frac{(1+K_{\epsilon}^{-1})}{2K_r(1+K_{\lambda}^{-1})}\right) + \frac{qR_{\Pi\Pi}}{2K_r\lambda_1(1+K_{\lambda}^{-1})}.$$
(4.31)

С использованием выражений (4.30), (4.31) и пакета ELCUT проведены расчеты и построены термограммы, представленные на рис. 4.10. Расчеты выполнены при следующих условиях: $q = 5000 \text{ BT/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 0,004 \text{ м}$; $a_1 = 0,113^{-6} \text{ m}^2$ /с; $\varepsilon_1 = 743,47 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_1 = 0,27 \text{ Bt/(M·K)}$; $K_{\lambda} = 0,112$; $K_{\varepsilon} = 0,057$.

Таким образом, проведенная оценка адекватности математической модели сферического полупространства на стадии нагрева реальному тепловому процессу от плоского круглого источника тепла позволила рекомендовать применение математической модели (3.68) на IV участке термограммы в методе НК [400, 396, 412, 423].



Рис. 4.10. Термограммы, построенные для системы теплового контакта двух полуограниченных тел с различными ТФС. В плоскости контакта действует:

- 1 круглый плоский источник тепла (ELCUT), <math>r = 0;
- 2 сферический поверхностный нагреватель (модель (4.30)), r = R;
 - $3 круглый плоский источник тепла, <math>K_r = 1,5$ (ELCUT);
- 4 сферический поверхностный нагреватель, K_r =1,5 (модель (4.31))



Рис. 4.11. Температурное поле (T) от плоского круглого нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальном тепловом контакте между ними при следующих условиях:

τ = 500 c; q = 5000 BT/M²; $R_{пπ}$ = 0,004 м; $a_1 = a_2 = 0,113^{-6}$ M²/c; $ε_1 = ε_2 = 743,47$ BT c^{0.5} M⁻²·K⁻¹; $λ_1 = λ_2 = 0,27$ BT/(M·K); $c_1 = c_2 = 1005$ Дж/(кг·K) $ρ_1 = ρ_2 = 2200$ кг/M³; шаг изотерм – 0,5 K



Рис. 4.12. Температурное поле (T) от поверхностного сферического нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальном тепловом контакте между ними при следующих условиях:

 $τ = 500 \text{ c}; q = 5000 \text{ BT/m}^2; R = 0,002 \text{ m}; a_1 = a_2 = 0,113^{-6} \text{ m}^2/\text{c};$ $ε_1 = ε_2 = 743,47 \text{ BT} \cdot c^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}; \lambda_1 = \lambda_2 = 0,27 \text{ BT/(m·K)}; c_1 = c_2 = 1005 \text{ Дж/(кг·K)}$ $ρ_1 = ρ_2 = 2200 \text{ кг/m}^3; \text{ шаг изотерм} - 0,5 \text{ K}$



Рис. 4.13. Распределение температурного поля (*T*) от плоского круглого нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальном тепловом контакте между ними при следующих условиях: $\tau = 500 \text{ с}; \lambda_1 = 0.25 \text{ Вт/м·K}; c_1 = 1005 \text{ Дж/кг·K}; \rho_1 = 2200 \text{ м}^3/\text{кг}; R_{пл} = 0.004 \text{ м};$ $q = 5000 \text{ Вт/м}^2; \lambda_2 = 0.028 \text{ Вт/м·K}; c_2 = 1270 \text{ Дж/кг·K}; \rho_2 = 50 \text{ кг/м}^3$



Рис. 4.14. Распределение температурного поля от плоского круглого нагревателя постоянной мощности в системе двух полуограниченных тел при идеальном тепловом контакте между ними при следующих условиях: $\tau = 100 \text{ c}; \lambda_1 = 0.25 \text{ Вт/мK}; c_1 = 1005 \text{ Дж/кг-K}; \rho_1 = 2200 \text{ кг/м}^3; R_{пл} = 0.004 \text{ м};$ $q = 5000 \text{ Вт/м}^2; \lambda_2 = 0.028 \text{ Вт/мK}; c_2 = 1270 \text{ Дж/кг-K}; \rho_2 = 50 \text{ кг/м}^3$

Визуализация температурных полей в системе изделие–ИЗ при больших значениях т представлена на рис. 4.11 – 4.14 (температурные поля построены численным моделированием [303, 304] с помощью пакета ELCUT [305]).

4.4.3. МОДЕЛЬ СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА. СТАДИЯ ОСТЫВАНИЯ

Для получения математической модели, описывающей процесс распределения тепла в исследуемой системе на стадии остывания при больших значениях τ , плоский круглый нагреватель постоянной мощности заменен эквивалентным ему сферическим поверхностным [400].

При этом принималось допущение о том, что конечное распределение температур, согласно математической модели процесса теплопереноса от поверхностного сферического нагревателя после окончания действия источника тепла будет близко к стационарному. Так как в реальном эксперименте используется круглый плоский нагреватель, то необходимо определить продолжительность стадии нагрева и соотношение радиусов R_{nn} и R, при котором температурные поля на стадии остывания, создаваемые круглым плоским и сферическим поверхностным нагревателями будут близкими.

Ранее указывалось, что соотношение радиусов R_{nn} и R, при котором температурные поля, создаваемые при нагреве от круглого плоского и сферического поверхностного источников постоянной мощности, будут идентичными, равно $R = R_{nn}/2$. Данное соотношение имеет место только при локальной регуляризации тепловых потоков в ограниченной зоне системы изделие–зонд, т.е. справедливо только для IV участка термограммы. Если отключение нагревателя происходит на V участке термограммы, где тепловой процесс не находится в стадии регуляризации, то соотношение радиусов R_{nn} и R изменится, так как отношение теплового потока в любой точке тела к потоку тепла на его поверхности будет зависеть от времени.

Определение условий адекватности тепловых процессов проводилось следующим образом. Подбирались такие значения радиуса сферического поверхностного нагревателя и продолжительности стадии нагрева, чтобы температурное поле, полученное с использованием численного моделирования двумерных полей методом конечных элементов (с помощью пакета ELCUT [305]) на рабочем участке при остывании было идентично температурному полю, построенному с использованием полученной математической модели (3.86)

$$T(R,\tau) = \frac{2qR^2(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2\sqrt{\tau}}.$$

Порядок действий проиллюстрируем следующими примерами.

Пример 1. Термограммы, представленные на рис. 4.15, 4.16, построены с использованием численного моделирования методом конечных элементов и по модели (3.86) при следующих условиях: $R_{III} = 0,004$ м;



Рис. 4.15. Термограмма, построенная с использованием численного моделирования, с выделенными рабочими участками на стадиях нагрева и остывания для данных *примера* 1



Рис. 4.16. Термограммы, построенные для стадии остывания системы двух полуограниченных тел с различными ТФС по данным *примера* 1. В плоскости контакта действует:

1 – плоский круглый нагреватель (численное моделирование);
 2 – сферический поверхностный нагреватель,
 расчеты выполнены с использованием математической модели (3.86)

R = 0,00141 м; $q = 10\ 000$ Вт/м²; $\varepsilon_1 = 743,47$ Вт·с^{0.5}·м⁻²·К⁻¹; $\lambda_1 = 0,27$ Вт/(м·К); $\varepsilon_2 = 42,2$ Вт·с^{0.5}·м⁻²·К⁻¹; $\lambda_2 = 0,028$ Вт/(м·К); продолжительность стадии **122**

нагрева – 380 с. Исследуемый материал: ПТФЭ. Здесь *q* – удельная поверхностная мощность плоского нагревателя. На термограммах, полученных с использованием численного моделирования, выделены рабочие участки.

Зависимость относительной погрешности $\delta_T = \frac{T_1 - T_2}{T_1} 100\%$ от

времени на термограммах 1 и 2 (рис. 4.16), которая обусловлена различием математических моделей распространения тепла от плоского круглого и сферического поверхностного источников тепла на стадии остывания, приведена на рис. 4.17. Из представленных данных видно, что для условий *примера* 1 на VII рабочем участке термограммы величина $\delta_T \leq 1,5\%$ [400].

Пример 2. Термограммы, представленные на рис. 4.18 и 4.19, построены с использованием численного моделирования методом конечных элементов и по модели (3.86).

Условия моделирования: $q = 20000 \text{ BT/m}^2$; R = 0,00141 м; $R_{\text{пл}} = 0,004 \text{ м}$; $\varepsilon_1 = 848,3 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_1 = 0,699 \text{ Bt/(M} \cdot \text{K})$; $\varepsilon_2 = 42,2 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_2 = 0,028 \text{ Bt/(M} \cdot \text{K})$; продолжительность стадии нагрева – 80 с. Материал исследуемого изделия – Стекло ТФ.

Зависимость относительной погрешности δ_T от времени, обусловленной различием математических моделей распространения тепла от плоского круглого и сферического поверхностного источников тепла на стадии остывания, представлена на рис. 4.20. Для условий *примера 2* на VII участке термограммы величина $\delta_T \leq 2\%$.



Рис. 4.17. Зависимость $\delta_T = f(\tau)$, построенная по термограммам 1, 2 (рис. 4.16)



Рис. 4.18. Термограмма с выделенными рабочими участками на стадиях нагрева и остывания для данных *примера 2*



Рис. 4.19. Термограммы, построенные на стадии остывания для системы двух полуограниченных тел с различными ТФС по данным *примера* 2. В плоскости контакта действует:

1 – плоский круглый источник тепла (численное моделирование);

2 - сферический поверхностный нагреватель,

расчеты выполнены с использованием математической модели (3.86)



Рис. 4.20. Зависимость $\delta_T = f(\tau)$, построенная по термограммам 1, 2 (рис. 4.19)

Пример 3. На рисунке 4.21 представлен график, расчеты к которому выполнены при следующих условиях: $q = 10\,000 \text{ Br/m}^2$; $R_{\pi\pi} = 0,004 \text{ M}$; R = 0,00141 M; $\varepsilon_1 = 743,47 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{M}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_1 = 0,27 \text{ Bt/(M} \cdot \text{K})$; $\varepsilon_2 = 42,2 \text{ Bt} \cdot \text{c}^{0.5} \cdot \text{M}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$; $\lambda_2 = 0,028 \text{ Bt/(M} \cdot \text{K})$; продолжительность стадии нагрева – 200 с. Материал исследуемого изделия – ПТФЭ. Увеличение продолжительности стадии нагрева до 200 с (по сравнению с *примером 1*, где время нагрева равнялось 180 с) привело к существенному росту величины δ_T от времени, обусловленной различием математических моделей распространения тепла от плоского круглого и сферического поверхностного источников тепла на стадии остывания в зоне рабочего участка (рис. 4.22).

Из представленных графиков видно, что идентичность температурных полей, создаваемых плоским круглым и сферическим поверхностным нагревателями, будет существенно зависеть от продолжительности стадии нагрева и, следовательно, температуры изделия в конце стадии нагрева.

Таким образом, необходимо найти такую температуру изделия (или продолжительность стадии нагрева от плоского круглого источника тепла), которая соответствовала бы распределению температуры, близкому к стационарному при нагреве от сферического поверхностного нагревателя.

Анализируя данные, представленные на рис. 4.15 – 4.22, можно сделать вывод о том, что необходимое время до момента отключения плоского круглого нагревателя необходимо устанавливать в зависимо-

сти от ТФС материала исследуемого изделия. Имитационное моделирование, результаты которого сведены в табл. 4.1, показало, что необходимое время до момента отключения нагревателя наиболее существенно зависит от теплопроводности материала исследуемого изделия.



Рис. 4.21. Термограммы, построенные на стадии остывания для системы двух полуограниченных тел с различными ТФС по данным *примера 3*. В плоскости контакта действует:

1 – плоский круглый источник тепла (численное моделирование);

2 – сферический поверхностный нагреватель,

расчеты выполнены с использованием математической модели (3.86)



Рис. 4.22. Зависимость $\delta_T = f(\tau)$, построенная по термограммам *I*, 2 (рис. 4.21) 126

Условия опыта	Материал исследуемого изделия:					
	Асбест	ПММА	ПТФЭ	Текстолит	Гипс	Стекло ТФ
q	5000	10 000	10 000	10 000	10 000	20 000
$R_{\rm пл}$	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004
ϵ_1	241,5	557,1	743,5	764,9	675,9	848,3
λ_1	0,110	0,195	0,270	0,300	0,430	0,699
ϵ_2	42,2	42,2	42,2	42,2	42,2	42,2
λ_2	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028
<i>Т</i> _{откл} , °С	121	148,4	118,3	100	70,8	87
τ _{откл} , c	240	370	380	277	100	80
$T_{\rm ct}$, °C	102,479	126,835	101,742	86,233	61,756	77,811
K	0,847	0,854	0,860	0,862	0,872	0,894

4.1. Определение критерия К при имитационном моделировании теплового процесса в системе изделие-зонд на стадии остывания

В таблице 4.1 представлены результаты имитационного моделирования теплового процесса в системе изделие-зонд на стадии остывания, для которых $\delta_T \leq 3\%$. При имитационном моделировании варьировали плотность теплового потока *q* и ТФС изделия. Соотношение радиусов нагревателей $R_{n,n}$ и *R* составило

$$R = \frac{R_{\Pi\Pi}}{2\sqrt{2}} \,. \tag{4.32}$$

Продолжительность стадии нагрева ($\tau_{\text{откл}}$), подбиралась так, чтобы температурное поле, полученное с использованием численного моделирования от плоского круглого нагревателя на рабочем участке термограммы, было близко температурному полю, построенному по модели сферического полупространства – *Модели С* ($\delta_T \leq 3\%$). $T_{\text{откл}}$ – температура изделия в конце стадии нагрева.

Стационарное распределение температуры T_{cr} , с учетом соотношения (4.32) в центре нагревателя, для опытов, условия и результаты которых представлены в табл. 4.1, нашли из уравнения

$$T_{\rm ct} = \frac{qR_{\rm m}}{\sqrt{2}\left(\lambda_1 + \lambda_2\right)}$$

Значение температуры материала исследуемого изделия, при достижении которой необходимо отключить плоский нагреватель, определяли исходя из следующих соображений. Был предложен критерий K (рис. 4.23) с помощью которого определяется оптимальная температура отключения $T_{\text{откл}}$ источника тепла:

$$K = \frac{T_{\rm ct}}{T_{\rm otkl}} \,,$$

где $T_{\rm cr}$ – конечное максимальное значение температуры материала исследуемого изделия после окончания действия плоского источника тепла, °C.

Модель (3.86) запишем следующим образом:

$$T(R_{\Pi\Pi},\tau) = \frac{q(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)R_{\Pi\Pi}^2}{4(\lambda_1 + \lambda_2)^2\sqrt{\pi}\sqrt{\tau}}$$

По данной зависимости и с использованием пакета ELCUT проведены расчеты и построены термограммы при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 4\cdot10^{-3}\ \text{m}$; $\varepsilon_1 = 557,14\ \text{Bt}\cdot\text{c}^{0.5}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$; $\lambda_1 = 0,195\ \text{Bt/(m\cdotK)}$; $\varepsilon_2 = 42,166\ \text{Bt}\cdot\text{c}^{0.5}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$; $\lambda_2 = 0,028\ \text{Bt/(m\cdotK)}$; $\rho_1 = 1180\ \text{кг/m}^3$; $\rho_2 = 50\ \text{кг/m}^3$. Исследуемый материал – ПММА. Время отключения плоского источника тепла $\tau_{\text{откл}} = 370\ \text{c}$.

Термограммы, построенные по математической модели (3.88) с использованием плоского круглого источника тепла и численным моделированием с помощью пакета ELCUT для VII участка (стадия остывания), отличаются менее чем на 1,5%.

В результате проведенного регрессионного анализа, учитывая, что полученная зависимость $K = f(\lambda_1)$ линейная (рис. 4.23), автором предложено следующее уравнение для определения критерия K в зависимости от теплопроводности исследуемого материала:

$$K = 0,8388 + 0,0793\lambda_1$$
.

Таким образом, если по окончании IV участка термограммы определить значение теплопроводности материала исследуемого изделия λ_1 (что предусматривается способом определения ТФС [400]), а затем вычислить значение критерия *K*, то можно найти температуру нагревателя $T_{\text{откл}}$, при которой необходимо закончить стадию нагрева

$$T_{\text{откл}} = \frac{T_{\text{ст}}}{K}$$

Визуализация температурных полей и полей тепловых потоков в системе изделие–зонд на стадии остывания представлена на рис. 4.24 и 4.25.



Рис. 4.23. Значение критерия K в зависимости от теплопроводности материала исследуемых изделий λ_1 (табл. 4.1)





В результате сравнения термограмм, построенных по моделям распространения тепла от плоского круглого и сферического поверхностного нагревателей, можно сделать вывод о том, что термограмма, построенная по модели сферического полупространства на стадии остывания, описывается следующим уравнением:

$$T(R_{\rm II},\tau) = \frac{2qR_{\rm II}^2(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{8\sqrt{\pi}(\lambda_1 + \lambda_2)^2} \frac{1}{\sqrt{\tau}}.$$



Рис. 4.25. Поле плотностей тепловых потоков в системе двух полуограниченных тел при идеальной теплоизоляции между ними на стадии остывания (VII участок термограммы)

4.5. РАСЧЕТНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ, РЕАЛИЗУЕМЫЕ ИИС ПРИ НК СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПМ ПО МЕТОДУ, ОСНОВАННОМУ НА РЕГИСТРАЦИИ СКОРОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

Данный метод НК структурных переходов основан на регистрации первой производной по времени от основной величины – температуры в нескольких точках контроля исследуемого полимерного тела в динамических термических режимах при нагреве и остывании.

Для расчета значений скорости V^* изменения температуры термограмму разбивали на интервалы: 1 ... k; 2 ... k + 1; u - k + 1 ... u, где k -количество точек в интервале, целое положительное нечетное число $(k \ge 3)$; u -количество точек в термограмме; i -номер интервала.

Определение линии регрессии для каждого интервала при нагреве (4.33) и остывании (4.34) проводили по методу наименьших квадратов:

$$T_i' = p_{1i} \,\tau + p_{0i} \,, \tag{4.33}$$

$$T_i'' = p_{3i} \,\tau + p_{2i} \,, \tag{4.34}$$

$$p_{1i} = \frac{k \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j T_j\right) - \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j\right) \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} T_j\right)}{k \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (\tau_j)^2\right) - \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j\right)^2} = V^*, \quad (4.35)$$

$$p_{0i} = \frac{\left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} T_j\right) \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (\tau_j)^2\right) - \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j\right) \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j\right)}{k \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} (\tau_j)^2\right) - \left(\sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2} \tau_j\right)^2} \cdot \quad (4.36)$$

Коэффициенты p_{3i} и p_{2i} уравнения (4.34) находятся аналогично p_{1i} и p_{0i} по формулам (4.35), (4.36).

Строили прямые по k точкам термограммы, определяли скорости изменения температуры, которые относили к температуре середины каждого интервала T_s . Таким образом удалось повысить чувствительность измерений и получить запись в «спектральной форме», т.е. в виде пиков в тех температурно-временных областях, где обнаруживаются различия в значениях «структурочувствительных» свойств (в областях, в которых возможны структурные переходы, сопровождающиеся тепловыми эффектами) [419].

Регистрация первой производной по времени от температуры, выражающей скорость (V^*) изменения этой величины на кривой температурной зависимости, реализована ИИС с измерительными зондами, снабженными: а) круглым плоским нагревателем постоянной мощности; б) круглым плоским нагревателем, реализующим программным путем постоянную скорость нагрева в локальной области исследуемого изделия.

4.6. АЛГОРИТМЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАБОЧИХ УЧАСТКОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ТЕРМОГРАММ И ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ

Одной из основных операций, необходимых для реализации многомодельных методов НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ, является операция определения рабочих участков экспериментальных термограмм. Второй необходимой операцией является определение значений параметров математических

где

моделей А, В, С. Так как данные уравнения представляют собой линейные зависимости относительно переменных *z, t* и при расчете используются не отдельные точки, а целые участки экспериментальных термограмм, то для определения параметров, входящих в уравнения, которые описывают рабочие участки, наиболее эффективным является метод наименьших квадратов [370, 400].

Границы рабочих участков можно определить, основываясь на выражениях, из которых были получены расчетные формулы *моделей А, В, С,* т.е. необходимо записать выражения для границ участков в критериальной форме. Однако в этом случае в эти критериальные уравнения будут входить, как ТФС, так и характеристики ИЗ, нагревателя, термических сопротивлений и др.

В разработанных автором алгоритмах для определения границ рабочих участков экспериментальных термограмм использовали [370, 400]:

1) свойства *моделей* A, B, C, согласно которым на термограммах в координатах T = f(z), T = f(t) (для плоского круглого нагревателя) рабочим участкам соответствуют прямолинейные отрезки;

2) качественную информацию, полученную при анализе выражений, на основе которых были получены математические *модели* A, B, C, т.е. рабочим участкам экспериментальных термограмм будут соот-

ветствовать плоские вершины кривых $\frac{\mathrm{d}T}{\mathrm{d}z} = f(z), -\frac{\mathrm{d}T}{\mathrm{d}t} = f(t).$

При этом учитывается, что в реальном эксперименте температура измеряется с некоторой случайной погрешностью ΔT_{cn} .

Считая, что не менее k точек принадлежат рабочему участку термограммы, а всего на термограмме n точек, рассмотрим последовательно отрезки термограмм с номерами точек $1 \dots k$; $2 \dots (k + 1); \dots;$ $n - (k + 1) \dots n$. Обозначим каждый из отрезков индексом i $(i = k \dots n)$ для каждого из этих отрезков построим уравнения линейных зависимостей:

$$\hat{T}_i = \alpha_{1i} x + \alpha_{0i}, \quad i = k, \, k + 1, \, ..., \, n \,.$$
(4.37)

Если определяется II участок термограммы для системы с плоским круглым нагревателем, то x - z; если IV или VII участки, то x - t. Используем следующие формулы:

$$\beta_{1i} = \frac{\sum_{j=i-k+1}^{i} T_j(x_j - \overline{x}_i)}{\sum_{j=i-k+1}^{i} (x_j - \overline{x}_i)^2},$$
(4.38)

132

$$\beta_{0i} = \overline{T_i} - \beta_{1i} \overline{x_i}, \qquad (4.39)$$

$$\overline{x}_{i} = \frac{1}{k} \sum_{j=i-k+1}^{i} x_{j} , \qquad (4.40)$$

$$\overline{T}_{i} = \frac{1}{k} \sum_{j=i-k+1}^{k} T_{j} , \qquad (4.41)$$

где T_j , x_j – значения функции и аргумента в точках с номером j для i отрезка; β_{0i} , β_{1i} – оценка коэффициентов α_{0i} , α_{1i} уравнения (4.37); $\overline{T_i}$, $\overline{x_i}$ – средние значения функции и аргумента для точек i отрезка.

Рассмотрим зависимость β_{1i} от \bar{x}_i , на графике которой (см. рис. 4.26, 4.27) наблюдается плоская вершина, соответствующая рабочему участку термограммы. Найти одну из точек этой плоской вершины не представляет труда. Таким образом находится временной отрезок, принадлежащий рабочему участку термограммы [370, 400].

Следующим шагом определения границ рабочих участков является нахождение количества точек на этом участке. Чем больше точек, тем точнее будут определены параметры *моделей A*, *B*, *C*. Для этого воспользуемся следующим подходом. Будем считать, что остатки $E_j = T_j - (\beta_1 x_{1j} + \beta_0)$, вследствие отклонения зависимости $T_j = f(x_j)$ от линейной, становятся коррелированы с x_j , т.е. зависимы от x_j . В каче-





стве критерия используется критерий сериальной корреляции Дарбина-Ватсона, предполагающий вычисление статистики *D* для серии из *k* измерений:

$$D = \frac{\sum_{j=i-k+1}^{i} (E_j - E_{j-1})^2}{\sum_{j=i-k+1}^{i} E_j^2},$$
(4.42)

где E_j – остаток в момент j, а $(E_j - E_{j-1})$ – правая последовательная разность.

На рисунке 4.28 представлены распределение *D* и области, в которых гипотеза о сериальной корреляции принимается или отвергается.

Как указывалось выше, у нас уже имеется участок из k точек, принадлежащий рабочему участку термограммы. Увеличивая влево и вправо этот участок, определяем на основе выражений (4.38) – (4.41) коэффициенты β_0 и β_1 и на основе, вычисленной по формуле (4.42) статистики D, делаем вывод о том, коррелированны ли остатки.

Как только критерий Дарбина-Ватсона дает отрицательный результат (остатки имеют корреляцию), заканчиваем процедуру увеличения участка и считаем, что нашли все точки, принадлежащие рабочему участку этой термограммы. Затем по формулам (4.38) - (4.41)оцениваем параметры *моделей A*, *B*, *C* (в этом случае *k* будет количеством точек, попавших на рабочий участок, а i – номером последней из точек, индекс i при β_0 , β_1 , \bar{x} , \bar{T} опускаем).

Примеры определения рабочих участков экспериментальных термограмм по графикам зависимостей $b_{1i} = f(T_s)$, $b_{0i} = f(T_s)$, $h_i = f(T_s)$ представлены на рис. 4.29, рис. 4.30. На рисунке 4.29 представлены графики зависимостей $b_{1i} = f(T_s)$ (*a*) и $b_{0i} = f(T_s)$ (*б*), построенные по термограмме, зафиксированной при следующих условиях: начальная температура изделия $T_{\rm H} = 16,7$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 2,5$ мм; мощность на нагревателе W = 1,9 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 20$ мм; исследуемый материал – ПТФЭ.



Рис 4.29. Зависимости: $b_{1i} = f(T_s)(a), b_{0i} = f(T_s)(b)$

На рисунке 4.30 представлен график зависимости $h_i = f(T_s)$, построенной по термограмме, зафиксированной ТП, расположенным в центре нагревателя при следующих условиях: $T_{\rm H} = 22,1$ °C; $R_{\rm IIII} = 4$ мм; W = 0,7 Вт; $\Delta \tau = 0,5$ с; $H_{\rm H} = 15$ мм; температура отключения нагревателя 50,6 °C; материал – ПТФЭ.



Рис. 4.30. Зависимость $h_i = f(T_s)$ для изделия из ПТФЭ



Рис. 4.31. Зависимости $T^* = f(\tau^{-0.5})$ с выделенными рабочими участками для изделия из ПТФЭ на стадии нагрева для термоприемников: I – в центре нагревателя; 2, 3 – на расстояниях 7 и 9 мм от центра

4.7. ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПМ ПО РАБОЧИМ УЧАСТКАМ ТЕРМОГРАММ ВНЕ ЗОНЫ СТРУКТУРНОГО ПЕРЕХОДА

4.7.1. СЛУЧАЙНЫЕ СОСТАВЛЯЮЩИЕ ПОГРЕШНОСТИ

Так как температурно-временные характеристики структурных превращений в исследуемом объекте определяют по аномальным значениям ТФС при изменении температуры, то в данном разделе приведен анализ случайных составляющих погрешности определения ТФС исследуемых полимерных материалов на рабочих участках термограмм [359, 370, 400]. Запишем выражения, связывающие погрешность определения параметров разработанных математических моделей с погрешностью определения ТФС, применив основные положения теории погрешности измерения физических величин.

Для *модели А* (II участок термограммы):

$$\Delta \varepsilon_{\mathrm{II}} = \sqrt{\left(\delta^2 A_{\mathrm{I}} + \delta^2 d_{\mathrm{I}}\right) \left(\frac{A_{\mathrm{I}}}{d_{\mathrm{I}}}\right)^2 + \Delta^2 \varepsilon_{\mathrm{II}}'}; \qquad (4.43)$$

$$\delta A_{1} = \sqrt{\delta^{2} d_{11} + \delta^{2} d_{12} + \frac{\Delta^{2} \varepsilon_{01} + \Delta^{2} \varepsilon_{02}}{(\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02})^{2}} + \frac{\Delta^{2} d_{12} + \Delta^{2} d_{11}}{(d_{12} - d_{11})^{2}}}; \quad (4.44)$$

$$\delta \varepsilon_{\mathrm{II}}' = \sqrt{\frac{\left(\delta^{2} \varepsilon_{01} + \delta^{2} d_{11}\right) \left(d_{11} \varepsilon_{01}\right)^{2} + \left(\delta^{2} \varepsilon_{02} + \delta^{2} d_{12}\right) \left(d_{12} \varepsilon_{02}\right)^{2}}{\left(\varepsilon_{01} d_{11} - \varepsilon_{02} d_{12}\right)^{2}} + \frac{\Delta^{2} d_{12} + \Delta^{2} d_{11}}{\left(d_{12} - d_{11}\right)^{2}}} \,. \tag{4.45}$$

Для *модели В* (IV участок термограммы, зафиксированной ТП, расположенным в центре нагревателя):

$$\Delta \varepsilon_{\rm IV} = \sqrt{\left(\delta^2 b_1 + 4\delta^2 b_0 + \delta^2 A_2\right) \left(\frac{A_2 b_1}{b_0^2}\right)^2 + \Delta^2 \varepsilon_{\rm IV}'} , \qquad (4.46)$$

$$\delta A_{2} = \frac{\sqrt{4\left(\delta^{2}b_{01} + \delta^{2}b_{02}\right) + \frac{\Delta^{2}\varepsilon_{01} + \Delta^{2}\varepsilon_{02}}{(\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02})^{2}} + \frac{\left(4\delta^{2}b_{01} + \delta^{2}b_{12}\right)\left(b_{12}b_{01}^{2}\right)^{2} + \left(4\delta^{2}b_{02} + \delta^{2}b_{11}\right)\left(b_{11}b_{02}^{2}\right)^{2}}{\left(b_{12}b_{01}^{2} - b_{11}b_{02}^{2}\right)^{2}}, \quad (4.47)$$

137

$$\delta \varepsilon_{1V}' = \sqrt{\frac{\left(\delta^{2} \varepsilon_{01} + 4\delta^{2} b_{01} + \delta^{2} b_{12}\right) \left(\varepsilon_{01} b_{01}^{2} b_{12}\right)^{2}}{\left(\varepsilon_{01} b_{01}^{2} b_{12} - \varepsilon_{02} b_{02}^{2} b_{11}\right)^{2}}} \rightarrow + \sqrt{\frac{\left(\delta^{2} \varepsilon_{02} + 4\delta^{2} b_{02} + \delta^{2} b_{11}\right) \left(\varepsilon_{02} b_{02}^{2} b_{11}\right)^{2}}{\left(\varepsilon_{01} b_{01}^{2} b_{12} - \varepsilon_{02} b_{02}^{2} b_{11}\right)^{2}}} + \sqrt{\frac{\left(4\delta^{2} b_{02} + \delta^{2} b_{11}\right) \left(b_{02}^{2} b_{11}\right)^{2} + \left(4\delta^{2} b_{01} + \delta^{2} b_{12}\right) \left(b_{01}^{2} b_{12}\right)^{2}}{\left(b_{02}^{2} b_{11} - b_{01}^{2} b_{12}\right)^{2}}},$$

$$\Delta\lambda_{\rm IV} = \sqrt{\left(\delta^2 B_2 + \delta^2 b_0\right) \left(\frac{B_2}{b_0}\right)^2 + \Delta^2 \lambda'_{\rm IV}} , \qquad (4.49)$$

$$\delta B_2 = \sqrt{\delta^2 b_{01} + \delta^2 b_{02} + \frac{\Delta^2 b_{02} + \Delta^2 b_{01}}{(b_{02} - b_{01})^2} + \frac{\Delta^2 \lambda_{01} + \Delta^2 \lambda_{02}}{(\lambda_{01} - \lambda_{02})^2}}, \quad (4.50)$$

$$\delta\lambda'_{\rm IV} = \sqrt{\frac{\left(\delta^2\lambda_{01} + \delta^2b_{01}\right)\left(b_{01}\lambda_{01}\right)^2 + \left(\delta^2\lambda_{02} + \delta^2b_{02}\right)\left(b_{02}\lambda_{02}\right)^2}{\left(\lambda_{01}b_{01} - \lambda_{02}b_{02}\right)^2} + \frac{\Delta^2b_{02} + \Delta^2b_{01}}{\left(b_{02} - b_{01}\right)^2}} \,. \tag{4.51}$$

Сравнив формулы (4.43) – (4.45) и (4.46) – (4.51), можем видеть, что структура погрешности определения ТФС по II и IV участкам термограммы аналогична, поэтому результаты влияния различных факторов на погрешность определения ТФС по II и IV участкам термограммы будут также аналогичны [359, 370, 400].

Рассмотрим, как будут влиять на погрешность измерения тепловой активности по II участку термограммы погрешности величин, необходимых для расчета тепловой активности, а именно: погрешность Δd_1 определения параметра модели d_1 ; погрешности ΔA_1 , $\Delta \varepsilon'_{II}$ расчета постоянных ИЗ A_1 , ε'_{II} (т.е. погрешность градуировки), которые, в свою очередь, будут складываться из погрешностей Δd_{11} , Δd_{12} определения коэффициентов d_{11} , d_{12} и неточности информации о значениях ε_{01} , ε_{02} ($\delta \varepsilon_{01}$, $\delta \varepsilon_{02}$) образцовых мер.

Рассмотрим влияние погрешности Δd_1 на определение ε_{II} . Примем $\delta A_1 = 0$ и $\Delta \varepsilon'_{II} = 0$. Тогда из выражения (4.43) следует:

$$\delta \varepsilon_{\rm II} = \frac{\Delta d_1}{A_1} \frac{\left(\varepsilon_{\rm II} + \varepsilon_{\rm II}'\right)^2}{\varepsilon_{\rm II}} \,. \tag{4.52}$$

Анализ данного выражения показывает, что погрешность определения ε_{II} можно снизить:

– во-первых, за счет уменьшения Δd_1 , путем уменьшения интервала $\Delta \tau$ между измерениями температуры (для расчета параметра d_1 используется метод наименьших квадратов и d_1 будет определен тем точнее, чем больше точек экспериментальной кривой будет использоваться);

– во-вторых, за счет увеличения мощности на нагревателе (в разумных пределах), так как $A_1 \sim q_1$;

– в-третьих, из выражения (4.52) видно, что относительная погрешность $\delta \varepsilon_{II}$ определения ε_{II} зависит от величины ε_{II} . Минимум $\delta \varepsilon_{II}$ будет соответствовать $\varepsilon_{II} = \varepsilon'_{II}$, а увеличение $\delta \varepsilon_{II}$ при $\varepsilon_{II} < \varepsilon'_{II}$ будет значительно больше, чем при $\varepsilon_{II} > \varepsilon'_{II}$ (рис. 4.32, кривая *1*) [359, 370, 400].

Это объясняется следующим. При нагревании часть тепла пойдет на нагрев материала исследуемого изделия, а часть тепла – на нагрев материала подложки ИЗ. Причем, чем больше тепловая активность материала подложки ИЗ по сравнению с тепловой активностью исследуемого материала, тем больше тепла пойдет на нагрев ИЗ и тем



Рис. 4.32. Зависимость $\delta \epsilon_{II} = f(\epsilon_{II})$ для II участка термограммы: *I* – исходная, по формуле (4.4); 2 – с учетом погрешности Δd_1 , по формуле (4.52); 3 – с учетом градуировки ИВС, по формуле (4.53)

больше тепловые свойства подложки ИЗ будут определять ход термограммы (ε'_{II} – суть тепловая активность материала подложки ИЗ) и, соответственно, тем менее точным окажется расчет тепловой активности материала исследуемого изделия. С другой стороны, чем больше выделяется тепла на единицу площади нагревателя (величина A_1 , как указывалось выше, пропорциональна мощности на единицу площади нагревателя), тем быстрее будет расти температура нагревателя и тем «ярче» будут выражены на термограмме ТФС материала исследуемого изделия (а, заодно, и материала подложки ИЗ).

Для анализа погрешности градуировки, связанной с неточностью информации о ТФС образцовых мер, будем считать, что в выражениях (4.43) – (4.45) – $\Delta d_{11} = 0$, $\Delta d_{12} = 0$, $\Delta d_1 = 0$. Тогда из формулы (4.45) имеем

$$\delta \varepsilon'_{\mathrm{II}} = \frac{\sqrt{\Delta^2 \varepsilon_{01} (\varepsilon_{02} + \varepsilon'_{\mathrm{II}})^2 + \Delta^2 \varepsilon_{02} (\varepsilon_{01} + \varepsilon'_{\mathrm{II}})^2}}{\varepsilon'_{\mathrm{II}} |\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02}|},$$

а из выражения (4.44)

$$\delta A_1 = \frac{\sqrt{\Delta^2 \varepsilon_{01} + \Delta^2 \varepsilon_{02}}}{\left|\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02}\right|} \,.$$

Подставив δ*A*₁ в формулу (4.43), получим следующее выражение:

$$\Delta \varepsilon_{\mathrm{II}} = \frac{\sqrt{\left(\Delta^2 \varepsilon_{01} + \Delta^2 \varepsilon_{02}\right)\left(\varepsilon_{\mathrm{II}} + \varepsilon_{\mathrm{II}}'\right)^2 + \Delta^2 \varepsilon_{01}\left(\varepsilon_{02} + \varepsilon_{\mathrm{II}}'\right)^2 + \Delta^2 \varepsilon_{02}\left(\varepsilon_{01} + \varepsilon_{\mathrm{II}}'\right)^2}}{\left|\varepsilon_{01} - \varepsilon_{02}\right|}.$$
(4.53)

Будем считать, что $\delta \varepsilon_{01} \approx \delta \varepsilon_{02}$ и $\varepsilon_{01} < \varepsilon_{02}$, тогда $\Delta \varepsilon_{01} < \Delta \varepsilon_{02}$. После упрощений имеет место неравенство

$$\frac{\Delta\varepsilon_{01}}{\varepsilon_{02} - \varepsilon_{01}} \left(\frac{\varepsilon_{01} + \varepsilon'_{II}}{\varepsilon_{II}} \right) < \delta\varepsilon_{II} < \frac{\Delta\varepsilon_{02}}{\varepsilon_{02} - \varepsilon_{01}} \left(\sqrt{2} + \frac{\left(2 + \sqrt{2}\right)\varepsilon'_{II}}{\varepsilon_{II}} + \frac{\varepsilon_{01} + \varepsilon_{02}}{\varepsilon_{II}} \right).$$

$$(4.54)$$

Проанализировав неравенство (4.124) (рис. 4.43, кривая 2) и сравнив его с равенством (4.43) (рис. 4.32, кривая 3), можно сделать следующие выводы (на рис. 4.33, 4.34 представлены аналогичные графики распределения погрешности измерения в зависимости от диапазона изменения ТФС для IV участка термограммы) [359].

1. Для увеличения точности определения ТФС необходимо выбирать образцовые меры, как можно более отличающиеся друг от друга по ТФС. 2. Исследуемые образцы не должны обладать слишком большими ε и λ.

3. Желательно выбирать образцовые меры так, чтобы значения их ТФС перекрывали требуемый диапазон измерения ТФС исследуемых материалов.



Рис. 4.33. Зависимость $\delta \epsilon_{IV} = f(\epsilon_{IV})$ для IV участка термограммы: l -исходная; 2 -с учетом погрешностей Δb_0 и Δb_1 ; 3 -с учетом градуировки ИИС



Рис. 4.34. Зависимость $\delta \lambda_{IV} = f(\lambda_{IV})$ для IV участка термограммы: *1* – исходная; 2 – с учетом погрешности Δb_0 ; 3 – с учетом градуировки ИИС

4. Относительная погрешность определения ТФС возрастает с уменьшением ϵ и λ .

5. Погрешность определения ТФС, связанную с неточностью информации о ТФС образцовых мер, уменьшить за счет изменения режимов опыта нельзя. Данная погрешность полностью определяется выбором образцовых мер ТФС.

6. Наименьшая погрешность определения ТФС будет у материалов с близкими или бо́льшими λ и ε , чем у материала подложки ИЗ, (для увеличения диапазона надежного определения ε и λ , необходимо провести меры по уменьшению ε'_{II} и ε'_{IV} , λ'_{IV} , путем применения в качестве подложки ИЗ материала с низкими тепловой активностью и теплопроводностью).

4.7.2. СИСТЕМАТИЧЕСКИЕ СОСТАВЛЯЮЩИЕ ПОГРЕШНОСТИ

Ранее рассматривалась случайная составляющая погрешности определения ТФС на рабочих участках термограмм по разработанному методу. Представляет интерес рассмотреть вопрос влияния на точность определения ТФС систематических составляющих погрешностей, вызванных неточностью используемых математических моделей. Частично этот вопрос рассматривался при получении аналитических зависимостей ранее. Было показано, что в расчетах по IV участку термограммы теплоемкостью нагревателя можно пренебречь. В расчетах по ІІ участку термограммы теплоемкость нагревателя учитывалась введением параметра d_0 , напрямую зависящего от теплоемкости нагревателя. Кроме того, алгоритм определения ТФС построен таким образом, что учитывает те точки термограммы, где реально выполняются аналитические зависимости. Как указывалось выше, частично неадекватность математической модели реальному эксперименту учитывалась тем, что постоянные ИИС на соответствующих рабочих участках термограммы определяются на основе градуировочных экспериментов, а не на основе расчета, исходя из их физического смысла [360, 370, 398, 400].

Рассмотрим влияние термических сопротивлений на результат расчета коэффициента теплопроводности λ_{IV} по IV участку экспериментальной термограммы [370, 398, 400].

Коэффициент теплопроводности λ_{1V} материала исследуемого изделия определяется на основе параметра b_0 , который по своему физическому смыслу соответствует измеряемой температуре при стационарном предельном распределении температуры в системе двух полуограниченных тел, находящихся в контакте. Рассмотрим следующую краевую задачу. Постановка задачи. Два полуограниченных тела 1 и 2 при температуре T(r, 0) = 0 находятся в контакте (см. рис. 4.35). Соприкасающиеся поверхности тел теплоизолированы. В области контакта действует поверхностный сферический источник тепла, мощностью q_0 и радиусом *R*. Между нагревателем и телами существуют термические сопротивления R_{T_1} и R_{T_2} . Следует найти стационарное распределение температуры в данной системе. В математической форме эта задача формулируется следующим образом:

$$\frac{d\left[r^{2}\frac{dT_{1}(r)}{dr}\right]}{dr} = 0, (r > R); \frac{d\left[r^{2}\frac{dT_{2}(r)}{dr}\right]}{dr} = 0, (r > R); \quad (4.55)$$

$$T_1(R) = T_0 - q_1 R_{T_1}; \quad T_2(R) = T_0 - q_2 R_{T_2};$$
 (4.56)

$$q_1 + q_2 = q_0; (4.57)$$

$$\frac{dT_1(\infty)}{dr} = \frac{dT_2(\infty)}{dr} = T_1(\infty) = T_2(\infty) = 0; \qquad (4.58)$$

$$\frac{dT_1(R)}{dr} = -\frac{q_1}{\lambda_1}; \quad \frac{dT_2(R)}{dr} = -\frac{q_2}{\lambda_2}, \quad (4.59)$$

где $T_1(r)$, $T_2(r)$ – распределение температуры в телах 1 и 2, соответственно; T_0 – температура нагревателя; r – координата; q_0 – мощность, выделяющаяся на единицу площади нагревателя; q_1 , q_2 – тепловые по-



Рис. 4.35. Тепловая схема

токи, поступающие в тела 1 и 2, соответственно; λ_1 , λ_2 – коэффициенты теплопроводности 1 и 2 тел, соответственно; R_{T_1} , R_{T_2} – термические сопротивления между 1 телом и нагревателем и между 2 телом и нагревателем, соответственно.

Решив дифференциальные уравнения (4.55), будем иметь

$$r^{2} \frac{dT_{1}(r)}{dr} = C_{1}; \quad r^{2} \frac{dT_{2}(r)}{dr} = C_{2}, \quad (4.60)$$

где С₁, С₂ – константы, определяемые из условий (4.59), т.е.

$$C_1 = -\frac{q_1 R^2}{\lambda_1}; \quad C_2 = -\frac{q_2 R^2}{\lambda_2}.$$
 (4.61)

Проинтегрировав дифференциальные уравнения (4.60), получим:

$$T_1(r) = -\frac{C_1}{r} + D_1 \quad \text{if } T_2(r) = -\frac{C_2}{r} + D_2, \qquad (4.62)$$

где константы C_1 , C_2 определяются из выражений (4.61), а константы D_1 , D_2 находят из условия (4.58)

$$D_1 = D_2 = 0. (4.63)$$

Используя формулы (4.61), (4.63), получим выражения для стационарного распределения температуры в рассматриваемой системе:

$$T_1(r) = \frac{q_1 R^2}{\lambda_1 r}; \ T_2(r) = \frac{q_2 R^2}{\lambda_2 r}.$$
 (4.64)

В формулы (4.64) входят значения тепловых потоков q_1 , q_2 , поступающих в тела l и 2 от нагревателя. Для определения значений q_1 и q_2 воспользуемся уравнениями (4.56), (4.57), предварительно записав выражения для температуры 1 и 2 тела (при r = R),

$$T_1(R) = \frac{q_1 R}{\lambda_1}; \ T_2(R) = \frac{q_2 R}{\lambda_2}.$$
 (4.65)

С учетом условий (4.56) запишем

$$\frac{q_1 R}{\lambda_1} = T_0 - q_1 R_{T_1}; \quad \frac{q_2 R}{\lambda_2} = T_0 - q_2 R_{T_2}$$
(4.66)

144
и затем, используя условие (4.57), получаем следующие выражения для определения q_1, q_2 :

$$q_{1} = \frac{q_{0} \left(R + R_{T_{2}} \lambda_{2} \right) \lambda_{1}}{R(\lambda_{1} + \lambda_{2}) + \left(R_{T_{1}} + R_{T_{2}} \right) \lambda_{1} \lambda_{2}};$$

$$q_{2} = \frac{q_{0} \left(R + R_{T_{1}} \lambda_{1} \right) \lambda_{2}}{R(\lambda_{1} + \lambda_{2}) + \left(R_{T_{1}} + R_{T_{2}} \right) \lambda_{1} \lambda_{2}}.$$
(4.67)

Температурные поля в исследуемой системе и температура нагревателя T_0 будут определяться выражениями:

$$T_{1}(r) = \frac{q_{0}R^{2}(R + R_{T_{2}}\lambda_{2})}{\left(R(\lambda_{1} + \lambda_{2}) + \left(R_{T_{1}} + R_{T_{2}}\right)\lambda_{1}\lambda_{2}\right)r}; \qquad (4.68)$$

$$T_{2}(r) = \frac{q_{0}R^{2}(R + R_{T_{1}}\lambda_{1})}{\left(R(\lambda_{1} + \lambda_{2}) + \left(R_{T_{1}} + R_{T_{2}}\right)\lambda_{1}\lambda_{2}\right)r};$$
(4.69)

$$T_{0} = \frac{q_{0} \left(R \left(1 + \lambda_{1} R_{T_{1}} \right) + R_{T_{1}} R_{T_{2}} \lambda_{1} \lambda_{2} \right)}{R \left(\lambda_{1} + \lambda_{2} \right) + \left(R_{T_{1}} + R_{T_{2}} \right) \lambda_{1} \lambda_{2}}.$$
(4.70)

Примем, что $T_1(r)$ – температурное поле материала подложки ИЗ; $T_2(r)$ – температурное поле материала исследуемого изделия; R_{T_1} – термическое сопротивление между нагревателем и чувствительным элементом ТП; R_{T_2} – термическое сопротивление между нагревателем и материалом исследуемого изделия. Тогда величина $T_1(R)$ будет соответствовать определяемому из термограммы параметру b_0 , а искомой величиной будет коэффициент теплопроводности материала исследуемого изделия, т.е. второго тела λ_2 .

Выражение для величины $T_1(R)$, определяемой из термограммы, имеет вид

$$T_{1}(R) = \frac{q_{0}R}{\lambda_{1} + \frac{\left(R + R_{T_{1}}\lambda_{1}\right)}{R_{T_{2}}} \frac{\lambda_{2}}{\frac{R}{R_{T_{2}}} + \lambda_{2}}}.$$
(4.71)

Проведем анализ уравнения (4.71), отметив предварительно, что величина $T_1(R)$ реально определяется с некоторой погрешностью. Рассмотрим два предельных случая [360, 370, 400].

1. Теплопроводность материала исследуемого изделия мала, т.е. коэффициент $\lambda_2 \rightarrow 0$. Тогда из (4.71) следует, что

$$T_1(R) = \frac{q_0 R}{\lambda_1} \,. \tag{4.72}$$

Как видно из выражения (4.72), в этом случае температура $T_1(R)$ будет определяться теплопроводностью материала подложки ИЗ λ_1 , и не будет зависеть от теплопроводности материала исследуемого изделия.

2. Теплопроводность материала исследуемого изделия велика, т.е. коэффициент $\lambda_2 \rightarrow \infty$. Тогда из выражения (4.71) имеем

$$T_{1}(R) = \frac{q_{0}R}{\lambda_{1} + \frac{\left(R + R_{T_{1}}\lambda_{1}\right)}{R_{T_{2}}}}.$$
(4.73)

В этом случае температура $T_1(R)$ также не зависит от теплопроводности исследуемого материала, а определяется теплопроводностью материала подложки ИЗ и термическими сопротивлениями R_{T_1} , R_{T_2} .

Представим выражение (4.71) в виде

$$T_{1}(R) = \frac{q_{0}R}{\lambda_{1} + \frac{R + R_{T_{1}}\lambda_{1}}{R + R_{T_{2}}\lambda_{2}}\lambda_{2}}.$$
(4.74)

При выполнении условия

$$R \gg R_{T_2} \lambda_2 \,, \tag{4.75}$$

можем записать, что

$$T_{1}(R) = \frac{\frac{q_{0}R^{2}}{R + R_{T_{1}}\lambda_{1}}}{\frac{\lambda_{1}R}{R + R_{T_{1}}\lambda_{1}} + \lambda_{2}}.$$
(4.76)

Введем обозначения

$$C_q = \frac{q_0 R^2}{R + R_{T_1} \lambda_1};$$
(4.77)

146

$$C_{\lambda'} = \frac{\lambda_1 R}{R + R_{T_1} \lambda_1} \,. \tag{4.78}$$

Тогда, формулу для расчета коэффициента теплопроводности λ_2 можно записать в следующем виде

$$\lambda_2 = \frac{C_q}{T_1(R)} - C_{\lambda'} \,. \tag{4.79}$$

Если выполняется условие $R >> R_{T_1}\lambda_1$, то выражение (4.79) будет полностью идентично формуле (4.15) и $C_q = B_2 = q_0 R$, $C_{\lambda'} = \lambda'_{IV}$.

Для разработанного метода определения температурновременных характеристик структурных превращений в ПМ по аномальным значениям ТФС, в котором постоянные ИИС B_2 , λ'_{IV} определяются на основе градуировочных опытов, необходимости введения поправки на термическое сопротивление между нагревателем и ТП нет, так как выражение (4.79) аналогично по форме зависимости (4.15) (это значит, что при градуировке определяются не B_2 и λ'_{IV} , а C_q и $C_{\lambda'}$). Последнее подтверждает то, что расчет постоянных ИИС на основе градуировочных опытов позволяет снизить влияние систематической составляющей погрешности, вызванной неадекватностью математической модели.

Рассмотрим подробнее условие (4.75). Сопротивление R_{T_2} :

$$R_{T_2} = \frac{h_T}{\lambda_T} \,, \tag{4.80}$$

где h_T – толщина прослойки между нагревателем и материалом исследуемого изделия; λ_T – теплопроводность материала прослойки.

Условие (4.75) принимает вид

$$\frac{h_T}{R} \frac{\lambda_2}{\lambda_T} \ll 1. \tag{4.81}$$

Фактически, по условию (4.81) определяется верхняя граница надежного определения теплопроводности материалов исследуемых изделий. Повышение верхней границы надежного определения λ_2 , как следует из условия (4.81), можно осуществлять за счет увеличения теплопроводности прослойки между нагревателем и материалом изделия (например, используя различные высокопроводящие смазки), а также за счет увеличения радиуса нагревателя.

Следует отметить, что, имея выражение, в котором учитываются термические сопротивления, можно с их учетом построить методику определения λ_2 материалов изделий. Однако от этого следует отказаться по следующим причинам.

Во-первых, если термическое сопротивление между нагревателем и чувствительным элементом ТП можно считать постоянной величиной, то термическое сопротивление между нагревателем и исследуемым материалом будет сильно зависеть от качества обработки поверхности последнего (и от изделия к изделию будет меняться).

Во-вторых, как следует из вышеприведенного анализа, термическое сопротивление между исследуемым материалом и нагревателем будет существенно сказываться на результатах обработки эксперимента только для материалов с высокой теплопроводностью (см. (4.73)). Причем, если теплопроводность исследуемого материала превысит некоторую величину, которую можно приблизительно оценить из условия (4.81), то будет практически невозможно определить ее значение (см. (4.73)).

Вышеприведенный анализ проводился на основе расчетных зависимостей для температурных полей в стационарном состоянии. Очевидно, что в этом состоянии влияние ТФС исследуемого материала на термограмму максимально (так как будет максимальный прогрев материала исследуемого изделия). Отсюда можно сделать вывод, что условие (4.81) будет не только условием для верхней границы диапазона надежного определения λ_2 по IV участку термограммы, но также и условием для надежного определения ε_2 по II и IV участкам термограммы.

По результатам анализа точности определения ТФС разработанным методом, можно сделать следующие выводы [359, 360, 370, 400].

1. Оценку случайных составляющих погрешностей определения ТФС для отдельного эксперимента следует проводить по формулам (4.43) – (4.51).

2. Нижняя граница надежного контроля ТФС определяется, прежде всего, ТФС материала подложки ИЗ. Чем выше λ' , ϵ' , тем выше нижняя граница определения ТФС.

3. Верхняя граница надежного контроля ТФС определяется термическим сопротивлением между исследуемым материалом и нагревателем. Чем больше это термическое сопротивление, тем ниже верхняя граница определения ТФС.

Выводы

1. Разработан многомодельный тепловой метод НК температурно-временных характеристик структурных превращений (фазовых и релаксационных) в полимерах и композиционных материалах на их основе с применением плоского круглого нагревателя постоянной мощности, обеспечивающий высокую точность и достоверность результатов измерений за счет идентификации, использования рабочих участков экспериментальных термограмм и осуществления самоконтроля при работе ИИС в каждой реализации эксперимента.

2. Разработана методика оценки адекватности предложенных математических моделей реальным тепловым процессам.

3. В плане метрологического обоснования разработанного метода НК температурно-временных характеристик структурных переходов в полимерных материалах проведен анализ случайных и систематических составляющих погрешности определения теплофизических свойств исследуемых материалов вне области превращения. Проведенный анализ показал, что в пределах рабочих участков экспериментальной термограммы эти погрешности меньше, чем вне этого участка. Для рабочих участков получены соотношения по выбору рабочего режима процесса измерения, обеспечивающие требуемую точность.

4. Разработаны алгоритмы (принципы) определения границ рабочих участков термограмм и оценки параметров математических моделей, описывающих термограммы на этих участках.

Глава 5

ИМИТАЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА В МЕТОДАХ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ

Имитационное исследование выполнено с целью получения предварительного подтверждения основных идей, заложенных в разрабатываемые методы НК структурных превращений в ПМ. В главе 4 уже представлены сравнительные данные численного моделирования температурных полей, плотности тепловых потоков в сравнении с результатами, полученными по разработанным моделям. Там же рассмотрено имитационное моделирование теплового процесса в системе зондизделие на стадии остывания. Далее рассмотрим результаты имитационного моделирования, позволяющие определять границы рабочих участков и характер графических зависимостей при проявлениях структурных переходов.

5.1. ИМИТАЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА ПО МОДЕЛИ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

С учетом ТФС исследуемых материалов и конструктивных характеристик зондов были заданы диапазоны изменений: коэффициента тепловой активности $400 \le \epsilon \le 1400 \,(\text{Bt} \cdot \text{c}^{0.5})/(\text{M}^2 \cdot \text{K})$; удельной поверхностной мощности нагревателя $0.05 \cdot 10^4 \le q \le 3.0 \cdot 10^4 \,\text{Bt/m}^2$; теплоемкости нагревателя $400 \le c_{\text{H}} \le 600 \,\text{Дж}/(\text{M}^3 \cdot \text{K})$ [376, 425].

Вне зоны структурного перехода формула (3.9) принимает вид:

$$T(0,\tau) = W_0 \sqrt{\tau} - W_1 \left(1 - \exp\left[W_2^2 \tau\right] \operatorname{erfc}\left[W_2 \sqrt{\tau}\right]\right), \qquad (5.1)$$

где $W_0 = \frac{2q}{\varepsilon\sqrt{\pi}}; W_1 = \frac{qc_{\rm H}}{\varepsilon^2}; W_2 = \frac{\varepsilon}{c_{\rm H}}.$

Параметры математической модели при имитационном исследовании процесса теплопереноса сведены в табл. 5.1 – 5.4.

Термограммы, построенные по зависимости (5.1) вне зоны структурного перехода, представлены на рис. 5.1 и 5.2.

Графические зависимости, построенные по формулам (4.10), (4.11) $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ при k = 5, представлены на рис. 5.3 – 5.6.

150

Таблица 5.1

N⁰	Параметры модели						
	$q \cdot 10^{-4},$ Bt/m ²	ε, (Вт·с ^{0,5})/(м ² ·К)	с _н , Дж/(м ² ⋅К)	W_0	W_1	<i>W</i> ₂	
1	1,5	400	420	39,375	42,314	0,952	
2	1,5	600	420	17,500	28,209	1,429	
3	1,5	800	420	9,844	21,157	1,905	
4	1,5	1000	420	6,300	16,926	2,381	
5	1,5	1400	420	3,214	12,090	3,333	

Таблица 5.2

№	Параметры модели						
	<i>q</i> ·10 ⁻⁴ , Вт/м ²	е, (Вт∙с ^{0,5})/(м ² •К)	с _н , Дж/(м ² ⋅К)	W_0	W_1	<i>W</i> ₂	
1	1,0	800	420	3,563	14,105	1,905	
2	1,5	800	420	9,844	21,157	1,905	
3	2,0	800	420	13,125	28,209	1,905	
4	2,5	800	420	16,406	35,262	1,905	
5	3,0	800	420	19,688	42,314	1,905	

Таблица 5.3

N⁰		Параметры модели						
	$q \cdot 10^{-4}, \\ \text{Bt/m}^2$	ϵ , (BT·c ^{0,5})/(M ² ·K)	с _н , Дж/(м ² ·К)	W_0	W_1	W_2		
1	1,5	800	400	9,375	21,157	2,000		
2	1,5	800	420	9,844	21,157	1,905		
3	1,5	800	450	10,547	21,157	1,778		
4	1,5	800	500	11,719	21,157	1,600		
5	1,5	800	600	14,063	21,157	1,333		



Рис. 5.1. Термограммы, построенные по зависимости (5.1): $a - \text{при } q = 15\ 000\ [\text{Вт/м}^2]$ и различных значениях $\varepsilon\ [\text{Вт} \cdot c^{0.5}/(\text{M}^2 \cdot \text{K})]$: $I - \varepsilon = 400;\ 2 - \varepsilon = 600;\ 3 - \varepsilon = 800;\ 4 - \varepsilon = 1000;\ 5 - \varepsilon = 1400;$ $\delta - \text{при } \varepsilon = 800\ [\text{Вт} \cdot c^{0.5}/(\text{M}^2 \cdot \text{K})]$ и различных значениях $q \cdot 10^{-4}\ [\text{Вт/m}^2]$: $I - q = 1,0 \cdot 10^4;\ 2 - q = 1,5 \cdot 10^4;\ 3 - q = 2,0 \cdot 10^4;\ 4 - q = 2,5 \cdot 10^4;\ 5 - q = 3,0 \cdot 10^4$

Полученные данные позволяют определять диапазон температур, при которых возможна регистрация структурного перехода по значе-152 ниям $S_{d_1}^2$ и $S_{d_0}^2$ в зависимости от величины тепловой активности – є материала при различных величинах q и $c_{\rm H}$.



Рис. 5.2. Термограммы, построенные по зависимости (5.1): $a - при \ q = 15 \ 000 \ [BT/m^2], \ \varepsilon = 800 \ [BT \cdot c^{0.5/}(m^2 \cdot K)]$ и различных значениях $c_{\rm H} \ [Дж/(m^2 \cdot K)]: \ 1 - c_{\rm H} = 400; \ 2 - c_{\rm H} = 420; \ 3 - c_{\rm H} = 450; \ 4 - c_{\rm H} = 500; \ 5 - c_{\rm H} = 600;$ $\delta - при \ \varepsilon = 800 \ [BT \cdot c^{0.5/}(m^2 \cdot K)]$ и различных значениях $q \cdot 10^{-4} \ [BT/m^2]:$ $1 - q = 0.05; \ 2 - q = 0.1; \ 3 - q = 0.2; \ 4 - q = 0.3; \ 5 - q = 0.5$

Таблица 5.4

	Параметры модели						
N⁰	$q \cdot 10^{-4}, BT/M^2$	е, (Вт·с ^{0,5})/(м ² ·К)	<i>с</i> _н , Дж/(м²·К)	W_0	W_1	<i>W</i> ₂	
1	0,05	600	420	0,583	0,941	1,429	
2	0,1	600	420	1,667	1,881	1,429	
3	0,2	600	420	2,333	3,761	1,429	
4	0,3	600	420	3,500	5,642	1,429	
5	0,5	600	420	5,833	9,403	1,429	



Рис. 5.3. Зависимости: $a - S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_{d_0}^2 = f(T_s)$ при $q = 15\ 000\ [BT/m^2]$ и различных значениях ϵ [BT·c^{0,5}/(m²·K)]: $l - \epsilon = 400; 2 - \epsilon = 600; 3 - \epsilon = 800; 4 - \epsilon = 1000; 5 - \epsilon = 1400$

Характер отклонений от аналитических моделей на графических зависимостях $\varepsilon_i^* = f(T_s)$, $d_{1i} = f(T_s)$, $S_{d_{1i}}^2 = f(T_s)$, $S_{d_{0i}}^2 = f(T_s)$ в случае проявления структурного перехода определяли так же на этапе имитационного моделирования.



Рис. 5.4. Зависимости: $a - S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_{d_0}^2 = f(T_s)$ при $\varepsilon = 800$ [Вт·с^{0,5}/(м²·К)] и различных значениях $q \cdot 10^{-4}$ [Вт/м²]: l - q = 1,0; 2 - q = 1,5; 3 - q = 2,0; 4 - q = 2,5; 5 - q = 3,0



Рис. 5.5. Зависимости: $a - S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_{d_0}^2 = f(T_s)$ при $\varepsilon = 800 [BT \cdot c^{0.5}/(m^2 \cdot K)], q = 15\ 000 [BT/m^2]$ и различных значениях c_{μ} [Дж/(m² \cdot K)]: $I - c_{\mu} = 400; 2 - c_{\mu} = 420; 3 - c_{\mu} = 450; 4 - c_{\mu} = 500; 5 - c_{\mu} = 600$



Разработано алгоритмическое и программное обеспечения для проведения имитационных исследований разработанного метода с учетом возможного структурного перехода. На рисунке 5.7 представлена схема алгоритма процесса теплопереноса в системе: исследуемое изделие – зонд с учетом возможного структурного перехода при имитационном моделировании. Целью моделирования являлось выявление характера графических зависимостей $d_{1i} = f(T_s)$, $\varepsilon_i^* = f(T_s)$, $S_{d_{1i}}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_{0i}}^2 = f(T_s)$ при наличии структурного перехода в изделии из полимерного материала.



Рис. 5.7. Схема расчета. Этап имитационного моделирования

Численное моделирование проводилось методом конечных элементов с использованием пакета прикладных программ ELCUT [305]. В температурном интервале структурного перехода в изделии из полимерного материала происходят существенные изменения ТФС материала. На рисунке 5.8 представлена моделируемая зависимость теплоемкости материала изделия от температуры (структурный переход в ПМ задан в интервале 20 ± 0.5 °C). Исходные данные для термограммы, полученной в блоке 3 (рис. 5.7) и представленной на рис. 5.9, следующие: $R_{nn} = 0,004$ м; q = 5000 BT/M²; $\rho_1 = 2200$ кг/м³; $\lambda_1 = 0.25$ BT/(м·K); $c_1 = 1005$ Дж/(кг·K); $\rho_2 = 50$ кг/м³; $\lambda_2 = 0.028$ BT/(м·K); $c_2 = 1270$ Дж/(кг·K). Далее производится передача управления в программный пакет Марle (блок 5, рис. 5.7).



Рис. 5.8. Сигнал, возникающий при твердофазном переходе в полимерном материале, полученный с использованием пакета ELCUT



Рис. 5.9. Термограмма с сигналом, полученная с использованием пакета ELCUT на этапе имитационного моделирования

Из-за теплового движения заряженных частиц в элементах электрических цепей при реальной работе ИИС возникает шум, который проявляется на термограмме. Предполагаем, что шум является случайной величиной, подчиняющейся нормальному закону распределения.

С использованием пакета Maple получен белый шум, возникающий при реальной работе ИИС и характеризующийся математическим ожиданием, равным нулю, и дисперсией $\sigma_T^2 = S^2 = 0.01 \text{ °C}^2$ (блок 7, рис. 5.7).

К термограмме, полученной в блоке 3 и записанной в файл 1 (блок 4, зависимость температуры от времени с сигналом, возникающим при структурном переходе), добавлен шум с нормальным законом распределения (блоки 8 – 12, рис. 5.7).



Рис. 5.10. Термограмма (*a*) и рабочий участок (*б*) термограммы в координатах *T*, √τ

Имитационная зависимость $T = f(\tau)$ (блок 12, рис. 5.7) с сигналом, возникающим при структурном переходе, и шумом представлена на рис. 5.10, *a*. На рисунке 5.10, *б* представлен рабочий участок данной термограммы в координатах $T, \sqrt{\tau}$. Далее, согласно схеме алгоритма на этапе имитационного моделирования (рис. 5.7), производится передача информации в блок 13. Расчет и построение термограмм, выделение рабочих участков, обработка результатов ведутся с помощью пакета прикладных программ (Excel, Pascal).

С помощью разработанного программного обеспечения [429 – 433] построены графические зависимости $d_{1i} = f(T_s)$, $\varepsilon_i^* = f(T_s)$, $S_{d_{1i}}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_{0i}}^2 = f(T_s)$ (блок 15, рис. 5.7), которые представлены на рис. 5.11 (при $T_n = 20$ °C).



Рис. 5.11. Зависимости: $a - d_{1i} = f(T_s); \delta - \varepsilon_i^* = f(T_s); s - S_{d_{1i}}^2 = f(T_s); s - S_{d_{0i}}^2 = f(T_s)$

Из данных, представленных на рис. 5.11, видно, что информативные параметры d_{1i} , ε_i^* , $S_{d_{1i}}^2$, $S_{d_{0i}}^2$ на рабочем участке термограммы явно реагируют на структурный переход в изделии из полимерного материала. При $T_{\rm n} = 20$ °C наблюдаются скачки и пики, величина которых существенно превышает шум.

Определение температуры середины рабочего участка на термограмме

Нас интересует, как изменяется значение температуры середины рабочего (второго) участка термограммы при совместном изменении є и *q*.

Регрессионный анализ позволяет получить функциональную зависимость между величиной Y и влияющими на Y величинами x. Полученная зависимость – уравнение регрессии [258], например:

$$Y = m_1 x_1 + m_2 x_2 + \dots + m_k x_k + b .$$
(5.2)

Для оценки степени связи между величинами использовали коэффициент множественной корреляции $R_{\rm K}$ Пирсона (корреляционное отношение), который может принимать значения от 0 до 1.

Для оценки значимости *R*_к применяли *F*-критерий Фишера, который вычисляли по формуле:

$$F = \frac{R_{\rm K}^2}{\left(1 - R_{\rm K}^2\right)} \frac{n - k}{k - 1},$$
(5.3)

где *n* – размер выборки; *k* – число коэффициентов модели.

Если *F* превышает некоторое критическое значение для выбранных *n*, *k* и принятой доверительной вероятности, то величина *R*_K считается существенной [241 – 244].

Исходные данные для регрессионного анализа представлены в табл. 5.5. Также использовали данные, рассчитанные с помощью пакета численного моделирования ELCUT для физической модели, представленной на рис. 3.1. Материал подложки зонда – рипор. Радиус нагревателя $R_{nn} = 4 \cdot 10^{-3}$ м. В графической форме результат регрессионного анализа представлен на рис. 5.12. Получена формула (5.4) для определения температуры середины рабочего участка \overline{T}_p в зависимости от тепловой активности исследуемого изделия и удельной поверхностной мощности нагревателя:

$$\overline{T}_p = 0,003 \cdot q + 0,018 \cdot \varepsilon - 26,24.$$
(5.4)

161

Таблица	5.5
---------	-----

$\overline{T}_p,$ °C	$q,\mathrm{Bt/m}^2$	ϵ , (Bt·c ^{0,5})/(m ² ·K)
4,4	1000	1550
10,2	3000	1450
14,7	5000	1350
20	7000	1250
25	9000	1150
30	11 000	1050
35	13 000	950
40	15 000	850
45	17 000	750
50	19 000	650
55	21 000	550
60	23 000	450
65	25 000	350
70	27 000	250
75	29 000	150

Значения множественного коэффициента детерминации $R_{\rm K}^2 = 0,999$ свидетельствует о том, что вариация исследуемой зависимой переменной \overline{T}_p (температуры середины рабочего участка) на 99,9% объясняется изменчивостью включенных в модель переменных – удельной поверхностной мощности нагревателя (q) и коэффициента тепловой активности материала изделия (ϵ). Зная, что $R_{\rm K}^2 = 0,999$, проверим значимость уравнения регрессии.

Зная, что $R_{\rm K}^2 = 0,999$, проверим значимость уравнения регрессии. Фактическое значение критерия *F* по (5.3):

$$F = \frac{0,999}{(1-0,999)} \cdot \frac{15-2}{2-1} = 12\,987\,,$$

что больше табличного $F_{0,05; 2; 12} = 3,89$, определенного на уровне значимости $\alpha = 0,05$ при $k_1 = k = 2$ и $k_2 = n - k - 1 = 15 - 2 - 1 = 12$ степенях свободы [241 – 247].

Таким образом, уравнение регрессии значимо. Следовательно, исследуемая зависимая переменная \overline{T}_p достаточно хорошо описывается включенными в регрессионную модель переменными q и ε .

162



Рис. 5.12. Зависимость $\overline{T}_{p} = f(q, \varepsilon)$

На рисунке 5.13, *a*, *б*, *в* представлены зависимости $\overline{T}_{p} = f(R_{nn})$, $\overline{T}_{p} = f(\varepsilon_{1})$, $\overline{T}_{p} = f(q)$, полученные численным моделированием с помощью пакета ELCUT.

По уравнению (5.4) и полученным данным имитационного исследования, представленным на рис. 5.13, a, b, b, определяют диапазон температур в зоне второго участка термограммы, в котором возможна регистрация структурных переходов в ПМ по отклонениям зависимостей тепловой активности.

На рисунке 5.14, *а* представлены термограммы, полученные при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{nn} = 4\ \text{мм}$; $\Delta \tau = 0.5\ \text{c}$; $\tau_{\kappa} = 600\ \text{c}$. Термограммы получены в следующих точках: 1) $r = 5\ \text{мм}$; 2) $r = 6\ \text{мM}$; 3) $r = 7\ \text{мM}$; 4) $r = 8\ \text{мM}$; 5) $r = 9\ \text{мM}$; 6) $r = 10\ \text{мM}$. $\Phi\Pi$ отсутствует.

На рисунке 5.14. б, в представлены значения $V^* = f(\tau)$ (б) и $V^* = f(T_s)$ (в), полученные по термограммам, приведенным на рис. 5.14, а.



Рис. 5.13. Зависимости:

 $a - \overline{T_p} = f(R_{nn})$ при $\varepsilon_1 = 758,1$ (Вт·с^{0,5})/(м²-К) и различных q (Вт/м²): I - q = 30 250; 2 - q = 20 500; 3 - q = 10 750; 4 - q = 1000; $\delta - \overline{T_p} = f(\varepsilon_1)$ при $R = 4 \cdot 10^{-3}$ м и различных q (Вт/м²): I - q = 30 250; 2 - q = 20 500; 3 - q = 10 750; 4 - q = 1000; $e - \overline{T_p} = f(q)$ при $\varepsilon_1 = 758,1$ (Вт·с^{0,5})/(м²-К) и различных $R \cdot 10^{-3}$ (м): I - R = 6,5; 2 - R = 5; 3 - R = 4,5; 4 - R = 4; 5 - R = 3,5; 6 - R = 3; 7 - R = 2,5; 8 - R = 5**164**



Рис. 5.14. Термограммы (a) и значения $V^* = f(\tau)(\delta), V^* = f(T_s)(\epsilon)$. Нагреватель: круглый плоский; $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 4\ \text{мм}$. ФП отсутствует.

1 - r = 5 MM; 2 - r = 6 MM; 3 - r = 7 MM; 4 - r = 8 MM; 5 - r = 9 MM; 6 - r = 10 MM

На рисунке 5.15, *а* представлены термограммы, полученные численным моделированием при следующих условиях: $q = 5000 \text{ BT/m}^2$; $R_{\pi\pi} = 4 \text{ мм}$; $\Delta \tau = 0,1 \text{ c}$; $\tau_{\kappa} = 600 \text{ c}$. Термограммы (1, 3, 5) построены по модели без проявления ФП, а термограммы (2, 4, 6) – по модели с ФП в исследуемом материале. Фазовый переход задан следующим образом: $T_{\pi} = 5 \text{ K}$; $\Delta_{\pi} = 2 \text{ K}$; $c_{\pi} = 4000 \text{ Дж/(кг-K)}$. Термограммы строились для следующих точек: 1, 2) в центре нагревателя; 3, 4) r = 7 мм; 5, 6) r = 9 мм. Из данных, представленных на рис. 5.15, *а*, видно, что термограммы, полученные по модели с ФП, расположены ниже, чем аналогичные им термограммы, полученные численным моделированием по модели без ФП.

На рисунке 5.15, б, в представлены значения $V^* = f(T_s)$, полученные по термограммам, приведенным на рис. 5.15, а. Зависимости $V^* = f(T_s)$ полученные по термограммам (2, 4, 6), расположены ниже, чем зависимости, полученные по термограммам (1, 3, 5), и имеют ступеньку при температуре, равной температуре перехода. Смещение ступеньки на кривой 1 рис. 5.15, б в сторону больших температур вызвано погрешностью расчетов при большой скорости нагрева в точке измерения. Фазовый переход происходит в области ПМ, граничащей с нагревателем, когда фиксируемая температура нагревателя уже превышает $T_{\rm n}$.

На рисунке 5.16, *а* представлены термограммы, полученные при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{n\pi} = 4\ \text{мм}$; $\Delta \tau = 0,1\ \text{c}$; $\tau_{\kappa} = 600\ \text{c}$. ФП задан следующим образом: $T_n = 5\ \text{K}$; $\Delta_n = 2\ \text{K}$; $c_n = 4000\ \text{Дж/(kr·K)}$. Термограммы строились для следующих значений координаты r на поверхности полуограниченного тела из ПМ: 1 - в центре нагревателя, r = 0; $2 - r = 5\ \text{мм}$; $3 - r = 6\ \text{мм}$; $4 - r = 7\ \text{мм}$; $5 - r = 8\ \text{мм}$; $6 - r = 9\ \text{мм}$; $7 - r = 10\ \text{мм}$.

На рисунке 5.16, б, в представлены значения $V^* = f(\tau)$ (б) и $V^* = f(T_s)$ (в), полученные по термограммам 2–7, приведенным на рис. 5.16, а.

На рисунке 5.17, *а* представлены значения $V^* = f(T_s)$, полученные при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{nn} = 4\ \text{mm}$; $\Delta \tau = 0,1\ \text{c}$; $\tau_{\kappa} = 600\ \text{c}$. ФП задан следующими параметрами: $T_n = 5\ \text{K}$; $\Delta_n = 2\ \text{K}$; $c_n = 2000\ \text{Дж/(кг-K)}$. Скорости изменения температуры определялись в точках: $1 - r = 5\ \text{mm}$; $2 - r = 6\ \text{mm}$; $3 - r = 7\ \text{mm}$; $4 - r = 8\ \text{mm}$; $5 - r = 9\ \text{mm}$; $6 - r = 10\ \text{mm}$.

На рисунке 5.17, б представлены значения $V^* = f(T_s)$, полученные при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{nn} = 4\ \text{мм}$; $\Delta \tau = 0,1\ \text{c}$; $\tau_{\kappa} = 600\ \text{c}$. ФП задан следующими параметрами: $T_n = 5\ \text{K}$; $\Delta_n = 2\ \text{K}$; $c_n = 6000\ \text{Дж/(кг-K)}$. Скорости изменения температуры определялись в следующих точках: $1 - r = 5\ \text{мм}$; $2 - r = 6\ \text{мм}$; $3 - r = 7\ \text{мм}$; $4 - r = 8\ \text{мм}$; $5 - r = 9\ \text{мм}$; $6 - r = 10\ \text{мM}$.





 $a - 1, 3, 5 - \Phi\Pi$ отсутствует; 2, 4, 6 – $\Phi\Pi$ задан значениями: $T_{\Pi} = 5$ К; $\Delta_{\Pi} = 2$ К; $c_{\Pi} = 4000 \ Дж/(кг·К); 1, 2 - в центре нагревателя; 3, 4 - r = 7 мм; 5, 6 - r = 9 мм; 6 - V[*] = f(T_s) (термограммы 1 и 2 рис. 5.15, a); <math>e - V^* = f(T_s)$ (термограммы 3 - 6 рис. 5.15, a) 1, 3 - $\Phi\Pi$ отсутствует; 2, 4 - $\Phi\Pi$ задан; 1, 2 - r = 7 мм; 3, 4 r = 9 мм



Рис. 5.16. Термограммы (a) и значения $V^* = f(\tau)$ (б) и $V^* = f(T_s)$ (с). Нагреватель: круглый плоский; q = 10~000 Вт/м²; $R_{nn} = 4$ мм. Свойства ПМ: $\lambda = 0,25$ Вт/(м·К); c = 1005 Дж/(кг·К); $\rho = 2200$ кг/м³: l - в центре нагревателя; 2 - r = 5 мм; 3 - r = 6 мм; 4 - r = 7 мм; 5 - r = 8 мм; 6 - r = 9 мм; 7 - r = 10 мм. Значения $V^* = f(\tau)$ (б) и $V^* = f(T_s)$ (в), полученные по термограммам 2 - 7 рис. 5.16, a; l - r = 5 мм; 2 - r = 6 мм; 3 - r = 7 мм; 5 - r = 9 мм; 6 - r = 10 мм



Рис. 5.17. Значения $V^* = f(T_s)$ и $V^* = f(T_s)$ при нагреве системы из двух полуограниченных тел (Рипор-ПМ). Нагреватель: круглый плоский; $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{n,1} = 4\ \text{мм.}$ ФП задан в ПМ:

 $a - T_n = 5 \text{ K}; \Delta_n = 2 \text{ K}; c_n = 2000 \text{ Дж/(кг·K)};$ $\delta - T_n = 5 \text{ K}; \Delta_n = 2 \text{ K}; c_n = 6000 \text{ Дж/(кг·K)};$ l - r = 5 мм; 2 - r = 6 мм; 3 - r = 7 мм; 4 - r = 8 мм; 5 - r = 9 мм; 6 - r = 10 мм

Из рисунков 5.16 и 5.17 видно, что все представленные зависимости имеют ступеньку при температуре, соответствующей температуре перехода, а величина ступеньки зависит от величины теплоты $\Phi\Pi$ и расстояния от центра нагревателя до точки контроля.

На рисунке 5.18, *а* представлена термограмма, полученная в центре нагревателя при следующих условиях: $q = 10\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 4\ \text{мм}$; $\Delta \tau = 0,1\ \text{c}$; $\tau_{\text{к}} = 10\ \text{c}$. Фазовый переход в ПМ задан следующими параметрами: $T_{\text{п}} = 5\ \text{K}$; $\Delta_{\text{n}} = 2\ \text{K}$; $c_{\text{n}} = 4000\ \text{Дж/(кг-K)}$.



Рис. 5.18. Термограмма, полученная ТП в центре нагревателя (*a*), и значения $V^* = f(\tau)$ (*б*) и $V^* = f(T_s)$ (*в*). Нагреватель: круглый плоский; $q = 10\ 000\ \text{BT/m}^2$; $R_{\text{пл}} = 4$ мм.

Свойства ПМ: $\lambda = 0,25$ Вт/(м·К); c = 1005 Дж/(кг·К); $\rho = 2200$ кг/м³. ФП задан в ПМ: $T_n = 5$ К; $\Delta_n = 2$ К; $c_n = 4000$ Дж/(кг·К)



Рис. 5.19. Термограммы (a) и значения $V^* = f(T_s)$ (b) нагрева системы из двух полуограниченных тел (Рипор-ПМ). Нагреватель: круглый плоский; $q = 20\ 000\ \text{Вт/m}^2$; $R_{n,n} = 4\ \text{мм}$. Свойства ПМ: $\lambda = 0,25\ \text{Вт/(м·K)}$; $c = 1005\ \text{Дж/(кг·K)}$; $\rho = 2200\ \text{кг/m}^3$. ФП задан в ПМ: $T_n = 5\ \text{K}$; $\Delta_n = 2\ \text{K}$; $c_n = 4000\ \text{Дж/(кг·K)}$: $a - термограммы получены: 1 - в центре нагревателя; <math>2 - r = 5\ \text{мм}$; $3 - r = 6\ \text{мм}$; $4 - r = 7\ \text{мм}$; $5 - r = 8\ \text{мм}$; $6 - r = 9\ \text{мм}$; $7 - r = 10\ \text{мм}$; $b - \text{кривые } V^* = f(T_s)$ соответствуют точкам контроля: $1 - r = 5\ \text{мм}$; $2 - r = 6\ \text{мм}$; $3 - r = 7\ \text{мм}$; $4 - r = 8\ \text{мм}$; $5 - r = 9\ \text{мм}$; $6 - r = 10\ \text{мM}$

На рисунке 5.18, б, в представлены значения $V^* = f(\tau)$ (a) и $V^* = f(T_s)$ (b), полученные по термограммам, приведенным на рис. 5.18, a.

На представленных зависимостях (рис. 5.18, *б*, *в*) можно выделить три температурно-временных области. В первой области температура исследуемого изделия во всех контролируемых точках поверхности

меньше температуры ФП. Нагрев происходит так же, как и в случае исследования модели без ФП. Следующая область соответствует времени и температуре возникновения границы фазового перехода в ПМ в зоне контакта полимерного тела и нагревателя. При этом часть тепла, выделяемого нагревателем, затрачивается на формирование «новой» фазы, что сопровождается уменьшением скорости нагрева. С ростом температуры исследуемого тела граница фазового перехода перемещается от точки, расположенной в центре нагревателя, к периферии и перестает влиять на скорость нагрева «новой» фазы (третья область). Логично предположить, что в точках контроля, расположенных на расстояниях $r > R_{пл}$, скорость нагрева будет также изменяться при достижении температуры фазового перехода.

На рисунке 5.19, *а* представлены термограммы, полученные при следующих условиях: $q = 20\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $R_{nn} = 4\ \text{мм}$; $\Delta \tau = 0,1\ \text{c}$; $\tau_{\kappa} = 600\ \text{c}$. ФП задан следующим образом: $T_n = 5\ \text{K}$; $\Delta_n = 2\ \text{K}$; $c_n = 4000\ \text{Дж/(кг-K)}$. Термограммы фиксировались в точках: I - в центре нагревателя; 2 - на расстоянии $r = 5\ \text{мм}$, а также при $r = 6\ \text{мм}\ (3)$; $r = 7\ \text{мм}\ (4)$; $r = 8\ \text{мм}\ (5)$; $r = 9\ \text{мм}\ (6)$; $r = 10\ \text{мм}\ (7)$.

На рисунке 5.19, б представлены значения $V^* = f(T_s)$, полученные по термограммам 2 – 7, приведенным на рис. 5.19, *a*. Сравнив зависимости $V^* = f(T_s)$, представленные на рис. 5.17, рис. 5.18 и рис. 5.19, можно убедиться, что с увеличением мощности, подаваемой на нагреватель, изменяются скорость нагрева и величины областей (по T_s и τ), соответствующих ФП.

На рисунках 5.20 и 5.21 представлены семейства кривых $V^* = f(\tau)$ и $V^* = f(T_s)$, т.е. представлены значения скорости нагрева в двух точках контроля системы из двух полуограниченных тел (Рипор-ПТФЭ) от плоского круглого нагревателя, расположенного в плоскости их контакта. Условия моделирования: исследуемый материал – ПТФЭ; подложка ИЗ – рипор; $q = 10\ 000\ \mathrm{BT/m^2}$; $R_{\mathrm{пл}} = 4\ \mathrm{MM}$; $\Delta \tau = 0.5\ \mathrm{c}$; k = 5. Структурный переход задан в области $T = 4...6\ \mathrm{K}$ скачками теплоемкости: $c_{\mathrm{n}} = 1005\ (1,\ 5),\ 2000\ (2,\ 6),\ 4000\ (3,\ 7),\ 6000\ (4,\ 8)\ Дж/(\mathrm{Kr}\cdot\mathrm{K})\ [425].$

По данным, представленным на рис. 5.20 и 5.21, определен характер отклонений от аналитических моделей (кривые 1 и 5) на графических зависимостях в случае проявления фазового перехода (кривые 2-4и 6-8) по методу с использованием регистрации изменений скоростей нагрева или остывания, определяемых с термограмм. Важно также отметить, что данный метод определения температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ может быть реализован без дополнительных градуировочных экспериментов, требующих образцовых мер ТФС.



Рис. 5.20. Значения $V^* = f(\tau)$ изделия из ПТФЭ в точках, расположенных на расстояниях 7 мм (1 - 4) и 9 мм (5 - 8) от центра нагревателя



Рис. 5.21. Значения $V^* = f(T_s)$ изделия из ПТФЭ в точках, расположенных на расстояниях 7 мм (1 - 4) и 9 мм (5 - 8) от центра нагревателя

При проведении эксперимента нас в большей степени интересовало не абсолютное значение скорости в точке минимума, а его абсцисса – время или температура наступления структурного перехода. Точки, отмечающие минимумы на семействах кривых, соответствующих процессам, сопровождающимся фазовым переходом, на рис. 5.20 и 5.21 соответствуют одной температуре, что согласуется с априорными ожиданиями. Однако расположены эти точки на кривых, характеризующихся различной величиной кривизны в точке минимума. Исследователей всегда интересует, как изменяется величина кривизны в точке минимума в зависимости от параметров эксперимента. Вообще говоря, измерение максимума (или минимума) с малой кривизной менее выгодно по точности, чем с большой. Излишне большая кривизна, с другой стороны, также может способствовать повышению погрешности измерения $T_{\rm n}$ и $\tau_{\rm n}$.

На рисунке 5.22 представлены результаты исследования при моделировании системы двух полуограниченных тел (рипор-ПТФЭ), нагреваемых плоским круглым нагревателем. Заданы два структурных перехода. Условия моделирования: $q = 14\ 000\ \text{Bt/m}^2$; $T_{n1} = 7\ \text{K}$; $\Delta_{n1} = 4\ \text{K}$; $c_{n1} = 4000\ \text{Дж/(кг·K)}$; $T_{n2} = 16\ \text{K}$; $\Delta_{n2} = 2\ \text{K}$; $c_{n2} = 4000\ \text{Дж/(кг·K)}$; $R_{n3} = 4\ \text{MM}$.

Фазовый переход в ПТФЭ, соответствующий $T_{n1} = 7$ К, явно зафиксирован на рис. 5.22, а переход, соответствующий $T_{n2} = 16$ К, на первой кривой (1) проявился раньше, как отклик перехода, зафиксированного первым ТП. На второй кривой ((2) рис. 5.22) ФП проявился неочевидным снижением V при 14 К по той же причине.

Таким образом, имитационное исследование процесса теплопереноса по модели плоского полупространства подтвердило основные идеи, заложенные в разрабатываемые методы. Полученные данные позволяют определять диапазон температур, при которых возможна регистрация структурного перехода в ПМ, а также характер отклонений от аналитических моделей на графических зависимостях в случае проявления перехода.

По результатам ряда вычислительных экспериментов получены уравнения регрессии для определения значений температуры начала и середины рабочих участков в зависимости от ТФС ПМ и мощности нагревателя для ИЗ с различными подложками.



Рис. 5.22. Скорости нагрева полуограниченных тел (рипор-ПТФЭ) от плоского круглого нагревателя, отнесенные к температуре в точках контроля, расположенных на расстояниях 7 мм (*1*) и 9 мм (*2*)

Имитационное исследование процесса теплопереноса по модели сферического полупространства позволит исследовать влияние теплового режима воздействия, теплоты ФП, ТФС на закон движения границы перехода.

5.2. ИМИТАЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ТЕПЛОПЕРЕНОСА ПО МОДЕЛИ СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

Важным этапом математического моделирования является исследование математической модели. От полноты этих исследований во многом зависит эффективность применения математической модели к изучению явления, и, вообще говоря, ее практический смысл.

На рисунке 5.23 представлены термограммы, полученные по модели сферического полупространства с помощью пакета ELCUT [305] в точках, расположенных на следующих расстояниях от центра нагревателя: 1) r = 4 мм; 2) r = 5 мм; 3) r = 6 мм; 4) r = 7 мм; 5) r = 8 мм; 6) r = 9 мм; 7) r = 10 мм; 8) r = 11 мм; 9) r = 12 мм. Условия моделирования: исследуемый материал – ПТФЭ; q = 10000 Вт/м²; R = 4 мм; $c_n = 4000$ Дж/(кг·K); $T_n = 5$ K; $\Delta_n = 2$ K.

Графики $T = f(\tau)$ были собраны в семейство. Из данных, представленных на рис. 5.23, следует, что чем больше расстояние *r*, тем больше времени требуется для достижения одних и тех же значений температуры в точке контроля.



Рис. 5.23. Термограммы, полученные по модели сферического полупространства при имитационном исследовании

Имитационное моделирование проводилось по модели сферического полупространства также и в безразмерном представлении.

Приведение уравнений математической модели к безразмерному виду – процедура, проводимая, прежде всего, по соображениям повышения эффективности вычислений. В частности, повышается вычислительная устойчивость расчетных алгоритмов. На этапах математического моделирования главной тенденцией приведения нашей модели к безразмерному виду является сведение к минимуму числа параметров, воздействующих на функцию $T(r, \tau)$.

Для проверки адекватности результатов численного моделирования значениям, полученным решением математической задачи (3.107) – (3.113), сравнивались распределения температуры на момент начала структурного перехода. На рисунке 5.24 представлены термограммы, полученные: 1) по уравнению (3.97); 2) численным моделированием по методу конечных элементов с помощью пакета ELCUT [305].

Далее представлены результаты исследования влияния теплового режима воздействия, теплоты ФП, ТФС на закон движения границы.

На рисунке 5.25 представлены зависимости ζ_n от значения числа Fo, полученные при $\Theta_n = 0,7$. Кривые *1*, *2*, *3* построены по уравнениям (3.120), (3.121) и (3.122), соответственно.



Рис. 5.24. Распространение тепла в сферическом пространстве: *1* – по уравнению (3.97); *2* – данные получены численным моделированием 176



Рис. 5.25. Зависимости ζ_n от числа Fo, полученные при $\Theta_n = 0,7$: *I* – по уравнению (3.120); *2* – по уравнению (3.121); *3* – по уравнению (3.122)





На рисунке 5.26 представлены зависимости ζ_n от значения числа Fo, полученные при $\Omega_n = 5$ и $\Theta_n = 0,7$. Кривая *1* получена численным моделированием, кривые 2, 3, 4 получены по уравнениям (3.127), (3.125) и (3.126), соответственно. Коэффициенты уравнений приведены в табл. 5.6 – 5.8.

На рисунке 5.27 представлены зависимости ζ_{π} от значения числа Fo, полученные при $\Omega_{\pi} = 5$ и $\Theta_{\pi} = 0,65$. Кривая *1* получена численным моделированием. Кривые *2* и *3* получены по уравнениям (3.127) и (3.125), соответственно. Кривая *4* получена по уравнению (3.126). Коэффициенты уравнений приведены в табл. 5.6 – 5.8.

На рисунке 5.28 представлены зависимости ζ_{n} от значения числа Fo, полученные по уравнению (3.127) при $\Theta_{n} = 0,65$ и различных значениях теплоты фазового превращения. Графики $\zeta_{n} = f$ (Fo) были собраны в семейство, представленное на рис. 5.28. Кривые 1 - 5 соответствовали следующим значениям Ω_{n} : 1) $\Omega_{n} = 0$; 2) $\Omega_{n} = 1,25$; 3) $\Omega_{n} = 2,5$; 4) $\Omega_{n} = 3,75$; 5) $\Omega_{n} = 5$. Коэффициенты *m* и κ уравнения (3.127) приведены в табл. 5.9. Заметно, что чем больше величина теплоты фазового перехода, тем медленнее движется граница.







Рис. 5.28. Зависимости ζ_n от числа Fo, полученные по уравнению (3.127) при $\Theta_n = 0,65$:

$$\begin{split} l-\Omega_{\rm n}=0;\, 2-\Omega_{\rm n}=1,25;\, 3-\Omega_{\rm n}=2,5;\, 4-\Omega_{\rm n}=3,75;\, 5-\Omega_{\rm n}=5. \\ {\rm Koэ} \varphi \varphi$$
ициенты уравнения приведены в табл. 5.9



Рис. 5.29. Зависимости ζ_n от числа Fo, полученные по уравнению (3.125) при $\Theta_n = 0,65$: $1 - \Omega_n = 0; 2 - \Omega_n = 1,25; 3 - \Omega_n = 2,5; 4 - \Omega_n = 3,75; 5 - \Omega_n = 5.$ Коэффициенты уравнения приведены в табл. 5.9

На рисунке 5.29 представлены зависимости ζ_n от значения числа Fo, полученные по уравнению (3.125) при $\Theta_n = 0.65$ и различных значениях теплоты ФП: 1) $\Omega_n = 0$; 2) $\Omega_n = 1.25$; 3) $\Omega_n = 2.5$; 4) $\Omega_n = 3.75$; 5) $\Omega_n = 5$. Коэффициенты уравнения приведены в табл. 5.9.

Зависимости ζ_{π} от значения числа Fo, полученные по уравнению (3.127), мало отличаются от зависимостей, полученных по уравнению (3.125).

В таблицах 5.6 – 5.8 представлены значения коэффициентов *m* и κ функций (3.125) – (3.127) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при $\Omega_n = 5$ и различных значениях Θ_n .

В таблице 5.9 представлены значения коэффициентов *m* и κ функций (3.125) – (3.127) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при $\Theta_{n} = 0,65$ и различных значениях теплоты ФП.

5.6. Значения коэффициентов *m* и *к* функции (3.125) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при Ω_n = 5 и различных Θ_n

Θπ	т	К	SSE	$R_{\mathcal{I}}^2$	σ
0,65	1,2110	0,4442	$2,90.10^{-05}$	0,9997	0,000966
0,70	1,1370	0,4341	$1,60 \cdot 10^{-05}$	0,9997	0,000755
0,75	1,0370	0,3948	$8,42 \cdot 10^{-07}$	0,9999	0,000196
0,80	0,9985	0,4010	$2,58 \cdot 10^{-07}$	1	0,000131
0,85	0,9606	0,3954	$1,09.10^{-07}$	0,9999	0,000095
0,90	0,8761	0,3304	$8,09.10^{-08}$	0,9997	0,000086

5.7. Значения коэффициентов *m* и *к* функции (3.126) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при Ω_n = 5 и различных Θ_n

Θπ	т	К	SSE	$R_{\mathcal{A}}^2$	σ
0,65	1,0880	0,5266	$2,53 \cdot 10^{-05}$	0,9998	0,000903
0,70	1,0440	0,5056	$1,45 \cdot 10^{-05}$	0,9997	0,000719
0,75	0,9691	0,4555	$7,44 \cdot 10^{-07}$	0,9999	0,000184
0,80	0,9834	0,4781	$9,58 \cdot 10^{-07}$	0,9999	0,000200
0,85	0,9257	0,4311	$1,10.10^{-07}$	0,9999	0,000096
0,90	0,8589	0,3552	$6,16.10^{-08}$	0,9998	0,000075
5.8. Значения коэффициентов *m* и *к* функции (3.127) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при $\Omega_n = 5$ и различных Θ_n

Θ_{π}	т	к	SSE	$R_{J\!\!I}^2$	σ
0,65	5,919	0,8481	$2,68 \cdot 10^{-05}$	0,9998	0,000930
0,70	7,736	0,8651	$4,64 \cdot 10^{-06}$	0,9999	0,000407
0,75	10,72	0,8865	$2,27 \cdot 10^{-06}$	0,9998	0,000321
0,80	15,62	0,8906	$1,72 \cdot 10^{-06}$	0,9997	0,000339
0,85	27,27	0,9292	$3,77 \cdot 10^{-08}$	1	0,000056
0,90	55,01	0,9157	$1,43 \cdot 10^{-08}$	1	0,000036

Примечание: *SSE* – остаточная сумма квадратов; $R_{\mathcal{A}}^2$ – коэффициент детерминации; σ – среднеквадратическая ошибка.

5.9. Значения коэффициентов *m* и κ функций (3.125), (3.126) (3.127) и статистические оценки результатов регрессионного анализа при $\Theta_{\mu} = 0,65$ и различных Ω_{μ}

Ω_{π}	т	К	SSE	R_{JI}^2	σ			
	Функция (3.125)							
0	1,073	0,4021	$2,23 \cdot 10^{-06}$	1	0,000386			
1,25	1,112	0,4160	$3,80 \cdot 10^{-06}$	0,9999	0,000503			
2,50	1,158	0,4315	$3,54 \cdot 10^{-06}$	0,9999	0,000486			
3,75	1,199	0,4443	$8,58 \cdot 10^{-06}$	0,9999	0,000756			
5	1,211	0,4442	$2,90 \cdot 10^{-05}$	0,9997	0,000966			
		Функі	ция (3.126)					
0	0,9593	0,4824	$1,05{\cdot}10^{-06}$	1	0,000264			
1,25	0,9949	0,4970	$2,56 \cdot 10^{-06}$	1	0,000413			
2,50	1,0370	0,5131	$2,73 \cdot 10^{-06}$	1	0,000426			
3,75	1,0750	0,5264	$7,44 \cdot 10^{-06}$	0,9999	0,000704			
5	1,0880	0,5266	$2,53 \cdot 10^{-05}$	0,9998	0,000903			

Ω_{π}	т	К	SSE	$R^2_{\mathcal{A}}$	σ
	Функция (3.127)		_		
0	5,173	0,8153	$3,86 \cdot 10^{-05}$	0,9994	0,001605
1,25	5,370	0,8258	$2,93 \cdot 10^{-05}$	0,9996	0,001396
2,50	5,603	0,8374	$2,80 \cdot 10^{-05}$	0,9996	0,001366
3,75	5,796	0,8458	$2,04 \cdot 10^{-05}$	0,9997	0,001166
5	5,919	0,8481	$2,68 \cdot 10^{-05}$	0,9998	0,000930

Данные, представленные на рис. 5.24 – 5.29, свидетельствуют о хорошем совпадении теоретических зависимостей (3.125) – (3.127) с результатами численного решения.

На рисунке 5.30 представлены зависимости $\zeta_{\pi} = f$ (Fo), полученные численным моделированием (точки) и по уравнению (3.127) (линии) при $\Omega_{\pi} = 5$ и различных значениях Θ_{π} : 0,45 (1); 0,5 (2); 0,55 (3); 0,6 (4); 0,65 (5); 0,7 (6); 0,75 (7); 0,8 (8); 0,85 (9); 0,9 (10).



Рис. 5.30. Зависимости $\zeta_{n} = f(Fo)$, полученные численным моделированием (точки) и по уравнению (3.127) (линии) при: $I - \Omega_{n} = 5$ и $\Theta_{n} = 0.45$; 2 - 0.5; 3 - 0.55; 4 - 0.6; 5 - 0.65; 6 - 0.7; 7 - 0.75; 8 - 0.8; 9 - 0.85; 10 - 0.9



Рис. 5.31. Зависимости $\zeta_{\rm m} = f({\rm Fo})$, полученные численным моделированием (точки) и по уравнению (3.125) (линии) при: $l - \Omega_{\rm m} = 5$ и $\Theta_{\rm m} = 0.65; 2 - 0.7; 3 - 0.75; 4 - 0.8; 5 - 0.85; 6 - 0.9$



Рис. 5.32. Зависимости ζ_п = *f*(Fo), полученные численным моделированием (точки) и по уравнению (3.126) (линии) при: *l* - Ω_n = 5 и Θ_n =0,65; *2* - 0,7; *3* - 0,75; *4* - 0,8; *5* - 0,85; *6* - 0,9

Следует отметить, что с ростом значения температуры возникновения $\Phi\Pi$ при $\Omega_{\pi} = 5$ и условиях моделирования, сформулированных на стр. 237, скорость движения границы перехода уменьшается.

На рисунке 5.31 приведены графики зависимостей $\zeta_{\Pi} = f$ (Fo), рассчитанных по уравнению (3.125), и полученных численным моделированием при следующих значениях Θ_{Π} : 0,65 (1); 0,7 (2); 0,75 (3); 0,8 (4); 0,85 (5); 0,9 (6).

На рисунке 5.32 приведены графики зависимостей $\zeta_{\pi} = f$ (Fo), рассчитанных по уравнению (3.126), и полученных численным моделированием при $\Theta_{\pi} = 0.65$ (1); 0,7 (2); 0,75 (3); 0,8 (4); 0,85 (5); 0,9 (6).

Существенной разницы значений ζ_n , рассчитанных по формулам (3.125) – (3.127) при одних и тех же значениях Fo, не наблюдается.

Имитационные исследования влияния тепловых режимов воздействия, теплоты ФП, ТФС полимерных объектов на закон движения границы ФП показали хорошее совпадение теоретических результатов с численными расчетами по методу конечных элементов.

Выводы

1. Имитационное исследование подтвердило основные идеи, заложенные в разрабатываемые методы неразрушающего контроля структурных превращений в ПМ, а именно:

 возможность определения температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ по аномальным значениям ТФС при изменении температуры в соответствии с аналитическими закономерностями регулярных тепловых режимов применительно к моделям плоского и сферического полупространств;

возможность определения вида структурного перехода (фазовый или релаксационный);

 возможность определения закона движения границы фазового перехода в соответствии с аналитическими закономерностями распространения тепла в сферическом полупространстве с учетом эквивалентности радиусов круглого плоского и сферического источников тепла.

2. Полученные данные имитационного моделирования позволяют определять границы рабочих участков на термограммах и выявляют характер графических зависимостей при проявлениях структурных переходов.

3. Имитационные исследования влияния тепловых режимов воздействия, теплоты ФП, ТФС полимерных объектов на закон движения границы ФП показали хорошее совпадение теоретических результатов с численными расчетами по методу конечных элементов.

Глава 6

ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

6.1. СОСТАВ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

Информационно-измерительная система (ИИС) неразрушающего контроля структурных переходов в полимерных материалах (рис. 6.1) [417, 419, 421] состоит из персонального компьютера (ПК), измерительно-управляющей платы PCI-1202H [278, 280], сменных измерительных зондов (ИЗ), регулируемого блока питания (БП). Зонд обеспечивает создание теплового воздействия на исследуемое изделие, фиксирование температуры в заданных точках контроля термоэлектрическими преобразователями (ТП). При измерениях ИЗ устанавливают контактной стороной на поверхность исследуемого изделия. Тепловое воздействие осуществляется с помощью нагревателя (Н), выполненного в виде диска и встроенного в подложку ИЗ. Мощность и длительность теплового воздействия БП задаются программно через интерфейс (И), контроллер К1, цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП). Сигналы с ТП поступают через мультиплексор (П), усилитель (У), аналого-цифровой преобразователь (АЦП), буфер обмена (Б) и интерфейс в ПК.



Рис. 6.1. Структурная схема ИИС с платой РСІ-1202Н

Контроллер К2 обеспечивает необходимый порядок опроса каналов и различные диапазоны измерения на каждом из них. Сбор информации производится при нагреве и остывании исследуемого тела.

На рисунке 6.2 представлена структурная схема ИИС, в состав которой помимо ПК и ИЗ входит микропроцессорное устройство (МПУ). Данную ИИС применяют в лабораторных и производственных условиях (без ПК). В состав ИИС входят: измерительно-вычислительное устройство (ИВУ), персональный компьютер (ПК), периферийные устройства (ПУ), программное обеспечение (ПО). ИВУ включает в себя: ИЗ, блок усилителей (БУ) и МПУ. МПУ реализовано на базе 12-битного микропроцессора (М) с тактовой частотой 11 МГц. В состав МПУ входит: АШП, интерфейс (И), память, набор аналоговых, шифровых и релейных портов, блок питания и управления нагревом (БП), микропроцессорное устройство (МПУ), реализованное на базе одноплатной системы Zila-1000. Микропроцессорное устройство реализует алгоритмы контроля температурно-временных характеристик структурных переходов в полимерных материалах, ведет управление режимами эксперимента и осуществляет передачу необходимой информации в ПК [383, 384, 393, 397, 399, 401, 405, 410, 411, 418].

В качестве ПК в ИИС используется IBM-совместимый компьютер. ПО включает системное (СПО), прикладное (ППО) и вспомогательное (ВПО) обеспечения.

ИИС реализует алгоритмы определения ТФС [429, 430], контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ [431, 432], определения закона движения границы фазового перехода, управления режимами эксперимента [433].



Рис. 6.2. Структурная схема ИИС с микропроцессорным устройством 186

Измерительный зонд (ИЗ) осуществляет посредством нагревателя тепловое воздействие на исследуемое изделие, определяет значения температур в заданных точках поверхности контакта с изделием при помощи термоприемников.

Многоканальный усилитель постоянного тока предназначен для усиления сигналов термоприемников до необходимого уровня. В работе использовали сменные ИЗ с нагревателями радиусами 2,5·10⁻³ и 4·10⁻³ м. Общий вид ИИС представлен на рис. 6.3.

Конструкция измерительного зонда приведена на рис. 6.4. Зонд состоит из двух основных узлов: измерительной ячейки 1 и корпуса 2. Измерительная ячейка, в свою очередь, состоит из основания 3, разъема 4, который предназначен для коммутации ИЗ с блоком усилителей (БУ).

С контактной стороны измерительной ячейки на поверхности теплоизолятора 5 размещен нагреватель 8, а также закреплены четыре термоэлектрических преобразователя (типа ХК) 6, 7, 9, 10, сваренные встык. Расстояние от центра нагревателя до термоэлектрических преобразователей 6, 9 и 10 составляет $8 \cdot 10^{-3}$, $7 \cdot 10^{-3}$ и $9 \cdot 10^{-3}$ м. Нагреватель представляет собой металлический диск радиусом $4 \cdot 10^{-3}$ м. К центру нагревателя приваривается термоэлектрический преобразователь 7, а сверху располагается изоляционная прокладка с уложенным на ней по спирали нихромовым проводом. Нагрев осуществляется электрическим током, пропускаемым по этому проводу. Выводы термоэлектрических преобразователей и нагревателя проходят через специальные отверстия и распаяны на коммутационную плату 11. Пружина 12 обеспечивает одинаковое усилие прижима контактной поверхности зонда к исследуемому изделию.



Рис. 6.3. Общий вид ИИС



Рис. 6.4. Схема измерительного зонда

В данной работе использовался также ИЗ, схема которого представлена на рис. 6.5 [427]. Измерительная ячейка *1* состоит из подложки 2 с вмонтированным в нее нагревателем постоянной мощности *3*, выполненным в виде тонкого диска диаметром 5 мм, и одной дифференциальной термопарой *4*. ИЗ снабжен усилителем постоянного тока *5*. Подключение ИЗ к ИВУ производится при помощи разъема *6* [426, 427].

При подготовке к испытаниям создают тепловой контакт между нагревателем и образцом, а также между датчиками и образцом. Осуществляют контроль за процессом термостатирования с помощью МПУ. Когда величина разности температур станет меньше наперед заданного значения, определяемого точностью измерения температуры, МПУ подает на нагреватель с помощью стабилизированного источника питания (БП) электрический ток постоянной мощности.

Термоэлектрические преобразователи 4 соединены последовательно-встречно и подключены к входу усилителя постоянного тока, размещенного в измерительной ячейке ИЗ. Разностная ЭДС, полученная на зажимах термоэлектрических преобразователей 4, усиливается и регистрируется МПУ.

На рисунке 6.6: позиция 1 – исследуемое изделие; позиция 2 – эталонное тело, которое в реальных условиях представляет собой подложку зонда. На торцевой поверхности эталонного тела размещен локальный в виде круга нагреватель 3 и датчик 4, измеряющий разность температур между нагревателем и точкой поверхности контакта образца и эталонного тела, расположенной на расстоянии L_3 от центра нагревателя.



Рис. 6.5. Схема измерительного зонда с одним ТП



Рис. 6.6. Измерительная схема зонда с одним ТП

При выборе расстояния *L*₃ необходимо соблюдать условие:

$$H_{\mu} > L_3 > 4R_{\pi\pi},$$

где R_{nn} – радиус нагревателя; H_{μ} – толщина образца (изделия).

Блок усилителей (БУ) состоит из микроэлектронных операционных усилителей. В ИВУ использовали универсальный, со средними значениями параметров операционный усилитель К140УД7.

Ядром Zila-1000 является микропроцессор (М) P80CL580 фирмы «Philips», ориентированный на применение в малогабаритных микропроцессорных устройствах с малым энергопотреблением и высокой производительностью [274, 275].

Память микропроцессора разбита на три части [271 – 273]:

1) оперативное запоминающее устройство (O3У), предназначенное для записи программ контроля при проведении отладки алгоритма определения температурно-временных параметров структурных переходов в полимерных материалах, хранения экспериментальных данных и переменных;

 перепрограммируемое постоянное запоминающее устройство (ППЗУ), в которое записывается откорректированная и окончательно проверенная программа;

 постоянное запоминающее устройство (ПЗУ) с операционной системой контроллера, под управлением которой осуществляется работа микропроцессорного устройства.

В состав Zila-1000 также входят: 12-ти битный аналого-цифровой преобразователь (АЦП) на 8 каналов, имеющий защиту от входных перегрузок, жидкокристаллический индикатор (4×20), клавишная клавиатура (4×4), блок управления нагревом (БП), последовательный интерфейс RS-232 для связи с ПК и параллельный интерфейс Centronics. Питание устройства осуществляется от сети 220 В.

Важную роль в ИИС играет системный интерфейс, представляющий собой совокупность технических устройств (преобразователей, коммутаторов, усилителей и т.п.) и правил обмена информацией между составными частями системы, обеспечивающих как совместную работу МПУ и ПК, так и взаимодействие блоков МПУ. Многофункциональный интерфейс ИИС реализован на основе принятых мировых стандартов, что обеспечивает гибкость и высокую надежность разработанной ИИС.

Последовательный интерфейс RS-232 предусматривает двустороннюю передачу информации сигналов по последовательному алгоритму, в котором используется 25-жильный кабель.

В качестве ПК в ИИС используется IBM-совместимый компьютер. Основные функции, выполняемые ПК: 1) реализация алгоритмов контроля температурно-временных параметров структурных превращений в полимерных материалах и управление процессом при функционирования ИИС в лабораторных условиях;

2) создание, загрузка, отладка и тестирование программного обеспечения для МПУ;

3) осуществление сбора и накопления измерительной информации с целью ее последующего использования при реализации методов контроля температурно-временных параметров структурных превращений в полимерах или в композиционных материалах на их основе.

Периферийные устройства (оборудование, которое может быть подсоединено к компьютеру), например, принтер, дисковый накопитель.

В соответствии с принятой классификацией программная часть ИИС неразрушающего контроля структурных переходов в полимерных материалах классифицируется на системное, прикладное и технологическое (вспомогательное) обеспечения.

Системное программное обеспечение (СПО) осуществляет управление работой ИИС и представлено следующим комплексом программ [274].

1. Программа Dani 52. Загружается в ПК, входящий в состав ИИС. Программа выполняет функции редактора текстов программ для устройства Zila-1000, их синтаксической проверки, преобразования и загрузки в ОЗУ микропроцессора. Терминальный модуль программы Dani 52 обеспечивает взаимодействие пользователя с микропроцессорным устройством, позволяя управлять его работой и отображать результаты при выполнении загруженной программы.

2. Операционная система и интерпретатор Zila-Basic записаны в ПЗУ. Под управлением операционной системы осуществляется работа микропроцессорного устройства. Интерпретатор Zila-Basic (модифицированный Intel-Basic) производит последовательную обработку и выполнение инструкций программы, загруженной в ОЗУ или записанной в ППЗУ. Кроме стандартных операторов, функций и ключевых слов, составляющих ядро языка программирования Basic, интерпретатор Zila-Basic предоставляет разработчику дополнительный набор команд и переменных для управления специализированными системными устройствами ввода-вывода, памятью) [274, 275].

3. Внешние коммуникационные программы функционируют в ПК и служат для организации обмена данными между ПК и МПУ. К числу таких программ относится модуль Hyper Terminal из дистрибутивного комплекса Microsoft Windows 95/98, обеспечивающий настройку параметров соединения ПК и МПУ посредством последовательного интерфейса RS-232, передачу управляющих команд в МПУ, прием результатов измерений в виде большого массива данных и сохранение полученной информации на жесткий диск [271, 273]. Для реализации алгоритмов контроля температурных параметров структурных переходов в полимерных материалах был разработан комплекс программ для устройства Zila-1000 и ПК, составляющих прикладное ПО ИИС [399, 405, 429 – 433].

Прикладное программное обеспечение (ППО) для ПК представляется совокупностью следующих программных модулей определенного функционального назначения [429 – 433]:

1. Интерфейсная программная часть формирует многоуровневое меню, обеспечивающее удобное и эффективное взаимодействие оператора с ИИС, включая выбор различных режимов работы системы, а также управляет другими модулями ППО.

2. Программный модуль измерения информации обеспечивает снятие термограмм нагрева, а также фиксирование начального распределения температуры в исследуемом полимерном теле [433].

3. Модуль проведения калибровки служит для определения постоянных ИИС.

4. Модуль расчета текущих значений ТФС и соответствующих значений температуры изделия, параметров модели, а также дисперсий параметров моделей [429 – 432].

5. Модули выделения рабочих участков термограмм.

6. Модуль контроля за ходом эксперимента обеспечивает возможность отключения нагревателя при достижении во времени нужного участка термограммы.

7. Модуль статистической обработки экспериментальных данных. Например, модуль определения закона распределения текущих значений ТФС и параметров аналитической модели на рабочем участке термограмм и модуль с программой для выявления неслучайности некоторых наблюдений на экспериментальных кривых зависимостей ТФС от температуры в случае проявления структурных переходов в полимерах [407, 408].

8. Модуль оценки скоростей нагрева, применение которого обязательно при контроле структурных переходов (как фазовых, так и релаксационных) в полимерных материалах.

9. Модуль численного моделирования двумерных полей методом конечных элементов с помощью пакета ELCUT [305].

10. Модуль взаимодействия МПУ с ПК осуществляет передачу сигналов (результатов измерений и команд управления) между ними посредством последовательного интерфейса стандарта RS-232.

11. Модуль ввода–вывода позволяет выполнять ввод исходных данных с клавиатуры МПУ или ПК, а также вывод на дисплей результатов измерения информации.

Вспомогательное ПО (ВПО) состоит из программ тестирования, организации обработки и хранения измерительной информации на ПК.

В ходе проектирования ИИС, включая разработку ее аппаратных средств, математического, алгоритмического и программного обеспечения, были использованы современные пакеты программ Microsoft Excel, Maple, Advanced Grapher, Borland Delphi, SPSS for Windows, BPwin, ELCUT, что позволило проводить эффективный и детальный анализ системы на всех этапах ее создания.

6.2. КАЛИБРОВКА ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

Рассмотрим порядок проведения калибровки на примере ИИС, использующей ИЗ с плоским круглым нагревателем постоянной мощности и несколькими ТП.

Математические модели, описывающие тепловые процессы в плоском и сферическом полупространствах от действия источника тепла, не учитывают ряд факторов, к числу которых относятся: термическое сопротивление в плоскости контакта ИЗ с исследуемым изделием [398], не полное соответствие граничных условий дифференциального уравнения теплопроводности реальному тепловому процессу. Кроме того, при получении ряда расчетных соотношений плоский круглый нагреватель на определенной стадии теплового процесса заменен эквивалентным ему поверхностным сферическим. Так же трудно поддаются теоретическому описанию оттоки тепла через соединительные провода нагревателя и ТП на стадии остывания, поэтому целью проведения калибровочных экспериментов является определение постоянных ИЗ ($A, B, D, \lambda', \epsilon'$).

При калибровке ИИС достаточно использовать два эталонных образца из материалов с известными значениями ТФС. Образцовые меры выбираются таким образом, чтобы значения их ТФС охватывали требуемый диапазон, измеряемый данной ИИС. Порядок выполнения основных операций при калибровке ИИС следующий.

1. Производится проверка начального температурного распределения в эталонном образце и ИЗ. При достижении равномерного температурного распределения включается нагреватель, осуществляется фиксирование термограмм на образце с известными значениями ТФС на стадиях нагрева и остывания.

2. На экспериментально полученных термограммах выделяются рабочие участки (II, IV и VII). Для каждого рабочего участка (на каждом канале измерений) отдельно рассчитываются параметры математической модели.

3. Для второго эталонного образца повторяют операции по п. 1 и 2.

4. Производится расчет искомых значений постоянных ИЗ для каждого рабочего участка (и каналов измерений) на стадиях нагрева и остывания.

6.3. АЛГОРИТМ КОНТРОЛЯ ЗА ХОДОМ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

ИИС реализует алгоритмы определения ТФС, контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ, управления режимами эксперимента.

Алгоритм контроля за ходом эксперимента и обработка экспериментальных данных осуществляется согласно схеме, представленной на рис. 6.7. Основные операции выделены укрупненными блоками: **A**, **B**, **C**, **D**, **E**, **F**, **G**, **H**, **K**, **L**.

Блок А. Осуществляется активная стадия проведения эксперимента, которая включает: термостатирование, тепловое воздействие постоянной мощности на исследуемое изделие, фиксирование температурных откликов, отключение нагревателя при оптимальной температуре, фиксирование температурных откликов на стадии остывания, контроль времени окончания измерения. Реализация алгоритма определения времени окончания эксперимента при переходе ИИС от нормального функционирования к неустойчивому.

Блок В. Обработка экспериментальных данных при НК ТФС. Выделяются рабочие участки термограмм на основе статистического критерия Дарбина-Ватсона. По методу наименьших квадратов оцениваются параметры моделей, описывающих II, IV и VII рабочие участки термограмм. Рассчитываются значения ε , λ , μ по трем каналам. Определяются погрешности оценки параметров моделей. Рассчитываются оценки погрешностей определения ТФС. Осуществляется самоконтроль результатов.

Блок С. Обработка данных при НК структурных переходов по модели плоского полупространства. Строятся термограммы, графики $V^* = f(T_s)$. Выделяются рабочие участки. Рассчитываются d_{1i} , d_{0i} , T_s . Строятся графики $d_{1i} = f(T_s)$, $d_{0i} = f(T_s)$, $S^2_{d_{1i}} = f(T_s)$, $S^2_{d_{0i}} = f(T_s)$. Анализ построенных зависимостей.

Блок D. Обработка данных при НК структурных переходов по модели плоского полупространства. Строятся термограммы, графики $V^* = f(T_s)$. Выделяются рабочие участки. Рассчитываются ε^* . Строятся графики $\varepsilon^* = f(T_s)$. Анализ построенных зависимостей.

Блок Е. Обработка данных при НК структурных переходов по модели сферического полупространства. Строятся графики $V^* = ff(T_s)$. Выделяются рабочие участки. Рассчитываются b_{1ni} , b_{0ni} , h_{ni} , T_s . Строятся графики $b_{1ni} = f(T_s)$, $b_{0ni} = f(T_s)$, $h_{ni} = f(T_s)$, $S_{b_{1ni}}^2 = f(T_s)$, $S_{b_{0ni}}^2 = f(T_s)$, $S_{b_{ni}}^2 = f(T_s)$. Анализ построенных зависимостей.



Рис. 6.7. Алгоритм контроля за ходом эксперимента и обработка экспериментальных данных

Блок F. Обработка данных при НК структурных переходов по модели сферического полупространства. Строятся графики $V^* = f(T_s)$. Выделяются рабочие участки. Рассчитываются ε^* , λ^* , c^* , a^* . Строятся графики $\varepsilon^* = f(T_s)$, $\lambda^* = f(T_s)$, $c^* = f(T_s)$, $a^* = f(T_s)$. Анализ построенных зависимостей.

Блок G. Обработка данных при НК структурных переходов. Строятся термограммы, графики $V^* = f(T_s)$, $V^* = f(\tau)$. Анализ построенных зависимостей.

Блок Н. Осуществляется активная стадия эксперимента: термостатирование, тепловое воздействие с постоянной скоростью нагрева, фиксирование температурных откликов, отключение нагревателя при заданной температуре, фиксирование температуры на стадии остывания, контроль времени окончания измерения.

Блок К. Обработка экспериментальных данных при НК структурных переходов. Строятся термограммы, графики $V^* = f(\tau)$, $V^* = f(T_s)$, $W = f(\tau)$, $W = f(T_s)$, $dW/d\tau = f(\tau)$, $dW/d\tau = f(T_s)$. Анализ построенных зависимостей.

Блок L. Определение вида перехода (фазовый или релаксационный). Определение T_{n} , Θ_{n} , коэффициентов κ , *m* закона движения границы $\Phi\Pi$.

Выводы

1. Разработаны алгоритмическое, программное и техническое обеспечения информационно-измерительной системы, реализующей многомодельные методы неразрушающего теплового контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах, в том числе:

 алгоритмы определения границ рабочих участков термограмм и оценки параметров математических моделей, описывающих термограммы на этих участках;

 алгоритмы контроля за ходом эксперимента и обработки экспериментальных данных;

- алгоритм калибровки информационно-измерительной системы;

программное обеспечение информационно-измерительной системы [429 – 433].

2. Разработанное техническое обеспечение ИИС неразрушающего контроля структурных переходов в ПМ обеспечивает реализацию разработанных многомодельных методов в лабораторных и производственных условиях (без ПК), в том числе:

– определение температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ и композитах на их основе;

- определение закона движения границы фазового перехода в ПМ.

Глава 7

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА РАЗРАБОТАННЫХ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ

7.1. ОБЪЕКТЫ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

В качестве объектов исследования были выбраны следующие материалы: 1) образцы выпускаемого промышленностью политетрафторэтилена блочного (ГОСТ 10007–80), поставляемого в виде стержней диаметром 45 мм и в виде плит (290×290 мм) толщиной 2 ... 60 мм; 2) коксонаполненный политетрафторэтилен Ф4К20 (ТУ 6-05-1412–76); 3) блочный полиамид марки капролон (ТУ 6-14-29–96); 4) поликапроамид (ПА-6) (ТУ 6-06-309–70); 5) полиметилметакрилат (ПММА) марки СО-95 (ГОСТ 10667–74); 6) полиэтилен низкой плотности (ПЭНП) или полиэтилен высокого давления (ГОСТ 16337–77); пенополистирол (ГОСТ 15588–86) [2, 4, 36, 88, 89, 276, 277].

Рассмотрим свойства некоторых исследуемых материалов.

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) является продуктом полимеризации тетрафторэтилена, химическая формула – $(C_2F_4)_n$. ПТФЭ относится к классу термопластичных смол, его физическое состояние обратимо изменяется при изменении температуры. Известно, что при температурах ниже 19,6 °С элементарная ячейка кристалла ПТФЭ состоит из 13 групп CF₂, выше 19,6 °С – из 15 групп CF₂. При 19,6 °С триклиническая упаковка ПТФЭ переходит в менее упорядоченную гексагональную, что сопровождается увеличением объема образца (например, при степени кристалличности 68% – на 0,74%). При 30 °С имеет место второй переход кристаллической структуры, изменение объема образца при этом составляет 0,08%. Теплота переходов составляет, соответственно: 4,0 ± 0,5 кДж/кг и 1,2 ± 0,3 кДж/кг [257]. Испытывали образцы из ПТФЭ со степенями кристалличности 56%, 60% и 85,2%.

ПТФЭ при температуре свыше 40 °С имеет очень стабильные теплофизические свойства и, следовательно, может быть использован для выявления возможностей новых методов термического анализа и при исследованиях надежности работы вновь создаваемых ИИС теплофизического контроля.

В коксонаполненном политетрафторэтилене марки Ф4К20 происходят твердофазные полиморфные превращения при 19,6 °С и 30 °С. Переходы в кристаллической фазе материала Ф4К20 сопровождаются поглощением тепла и изменениями ТФС в узких температурно-временных интервалах.

Кроме того, у ПТФЭ и Ф4К20 наряду с твердофазными полиморфными превращениями проявляются релаксационные переходы.

Свойства ПТФЭ и Ф4К20 приведены в табл. 7.1.

Поликапроамид и капролон как все однородные полиамиды (не сополимеры) являются аморфно-кристаллическими полимерами. Соотношение кристаллической и аморфной фаз в полиамидах зависит от условий переработки, режима термообработки, от содержания влаги и специальных добавок, способствующих кристаллизации. Степень кристалличности полиамидов изменяется от 40 до 80%.

Капролон представляет собой высокомолекулярный продукт анионной полимеризации є-капролактама в присутствии щелочных катализаторов и различных активаторов. Твердофазное превращение в

N₂	Наименование показателя	ПТФЭ ГОСТ 10007–80	Ф4К20 TУ 6-05-1412–76	Капролон ТУ 6-14-29–96
1	Плотность ρ , кг/м ³	21202200	20502170	11501160
2	Температура плавления кристаллов, °С	327	327	220260
3	Температура стеклования аморфных участков, °С	-120	-120	_
4	Теплостойкость по Вика, °С	110	145160	190210
5	Удельная теплоемкость <i>с</i> , Дж/(кг·К)	1004	710	_
6	Теплопроводность λ, Вт/(м·К)	0,230,3	0,230,3	0,30,39
7	Коэффициент линейного расширения $\beta_T \times 10^{-5}$, °C ⁻¹	825	1118	6,69,8
8	Рабочая температура, °С	-269260	-60250	-60150
9	Твердость по Бринеллю, МПа	29,439,2	4953,8	100105

7.1. Свойства ПТФЭ, Ф4К20 и капролона

капролоне происходит при температуре 25 °C. Считается, что в кристаллической фазе полимера гексагональная решетка переходит в моноклинную.

Поликапроамид представляет собой продукт гидролитической полимеризации є-капролактама в присутствии различных катализаторов. Применяется для изготовления изделий методом литья под давлением. Поликапроамид удовлетворяет следующим требованиям: плотность – 1130 кг/м³; температура плавления – 210...218 °C; коэффициент теплопроводности – 0,283 Вт/(м·К); удельная теплоемкость – 1885 Дж/(кг·К).

Полиметилметакрилат (ПММА) марки СО-95 применяли в виде образцов цилиндрической формы, выточенных из листа толщиной 24 мм. Температура размягчения материала не менее 95 °С.

Основные теплофизические и механические свойства исследуемых материалов приведены в табл. 7.2.

		Тег опред	мпература пе целенная разл	реходов в ПМ ичными мето	ИМА, одами, К	
	a	По меха	По механической прочности			д
Переход	По скорости звун	V _{экв} = = 0,03…0,25 Гц	$v=1,24\Gamma\pi$	$v=0,01\dots 1\ \Gamma \mu$	$v = 10^2 \Gamma \mathrm{I}$	v = = 0,0550,074 Г
γ	Ι	100	-	100	166	93134
μ	-	137	178	-	-	156
γ_1	198	177	-	-	238	176
μ′	-	233	-	-	-	233
γ_2	_	253	_	253	255	246
γ ₃	277	268	_	_	-	268
γ_4	345	293	305	_	370	291
β	368	333	-	-	-	323
α	390	363	_	_	_	_
α_1	_	387	_	_	_	_
λ_1	_	433	_	_	_	_
λ_2	-	493	_	_	_	_

7.2. Релаксационные переходы в ПММА и поликапроамиде

	оп	Температура переходов в ПММА, определенная различными методами, К				
Пере- хол	По электри-	По диэлектри-	По термог	рамме ТСР	По ИКС	
лод	ческой прочно-	ческим потерям	<i>V</i> -	<i>V</i> -	V - 2 K /	
	СТИ $V_{3KB} \equiv 0,02$ I Ц	V = 1 КІ Ц	1 К/мин	2 К/мин	2 К/МИН	
γ	_	-		_	—	
μ	_	-	173	-	_	
γ_1	-	-	-	Ι	_	
μ′	-	-	-	Ι	_	
γ_2	_	—	223	-	_	
γ_3	-		_	Ι	_	
γ_4	300	-	_		_	
β	333	353	-	333	333	
α	363	393	363	363	363	
α_1	387	_	393	393	393	
λ_1	_	_	_	443	_	
λ_2	_	_	_	_	_	

П р и м е ч а н и е: TCP – ток термостимулированного разряда; ИКС – инфракрасная спектрометрия.

Окончание табл. 7.2.

Пере- ход	Температура переходов в поликапроамиде, °С (v = 1 Гц)	Переход	Температура переходов в поликапроамиде, °С (v = 1 Гц)			
1	2	3	4			
β	-161	α_1	27			
β_1	-132	α_2	64			
β_2	-100	β_{κ}	156			
$\mu_{\scriptscriptstyle \rm H}$	-88	λ_1	180			
π	-66	λ_2	302			
α	5 ($T_{\rm c} = -41 {}^{\circ}{\rm C}$)	λ_3	412			
	Примечание: <i>T</i> _c – температура стеклования.					

В качестве образцовых мер использовали ПММА (ГОСТ 17622–72) и кварцевое стекло марки КВ (ГОСТ 15130–86). Подложка ИЗ была изготовлена из пенополиуретана марки Рипор. Толщина подложки $H_{\rm n} = 20$ мм. Рипор получают на основе смеси А-6TH, трихлоротил-фосфата и полиизоцианата.

Теплофизические свойства образцовых мер и материала подложки ИЗ приведены в табл. 7.3.

Далее приведены результаты ДТА образцов из полимерных материалов ПТФЭ и Ф4К20.

Традиционно применяемый метод физико-химического исследования – дифференциальный термический анализ (ДТА) использован нами для предварительного исследования испытуемых образцов из политетрафторэтилена (ПТФЭ) и коксонаполненного политетрафторэтилена марки Ф4К20 с целью изучения процессов, которые возникают в полимерных телах при нагреве и охлаждении. Для ДТА обычно берутся навески порядка 0,3...1,0 г. Скорости нагрева чаще всего составляют 1...10 °С/мин. Изменения физического состояния образцов регистрируется отклонением дифференциальной кривой от основной линии. Изменения, сопровождающиеся тепловыми эффектами, проявляются в виде пиков на дифференциальной кривой. На термограммах экзотермическим эффектам обычно соответствуют пики, расположенные над основной линией, а эндотермическим эффектам – расположенные под основной линией. Основной количественной информацией, получаемой из термограмм, являются температурные характеристики превращений.

Физические процессы – переходы типа кристалл-кристалл, как правило, удается исследовать методом ДТА.

№	Показатель	Стекло КВ	ПММА	Рипор
1	Плотность ρ , кг/м ³	2210	1180	50
2	Коэффициент теплопроводности λ, Вт/(м·К)	1,337	0,195	0,028
3	Удельная теплоемкость <i>с</i> , Дж/(кг·К)	722,6	1349	_
4	Коэффициент температуропроводности <i>a</i> ·10 ⁶ , м ² /с	0,830	-	0,461

7.3. Теплофизические свойства образцовых мер

П р и м е ч а н и е: значения λ и *а* для ПММА и стекла марки КВ приведены при температуре 20 °С.

Дериватографические исследования полимерных образцов с целью определения температурных характеристик фазовых переходов по кривым дифференциального термического анализа при нагревании от 16 до 50 °C проводили на дериватографе системы Паулик-Эрдеи фирмы «МОМ» (Венгрия). Нагрев образцов осуществляли в динамическом режиме со скоростью 5 град/мин от комнатной температуры до 50 °C в платиновом тигле в атмосфере воздуха. Вес образца составлял 950 мг. Запись кривых ДТА проводилась при чувствительности гальванометров ДТА – 1/1, температурная шкала – 125°C, термопара – sampl (образец).

В данной работе исследовали образцы из ПТФЭ с различной степенью кристалличности, которая варьировалась в пределах: 80,2% (образец № 1), 60% (образец № 2), 56% (образец № 3).

Кривые ДТА образца из Ф4К20 и трех образцов из ПТФЭ представлены на рис. 7.1.

На кривых ДТА всех проанализированных образцов наблюдаются эндотермические эффекты, сопровождающие внутрикристаллические переходы в твердой фазе. Наиболее четко выявляется полиморфный твердофазный переход при 19,6 °С в ПТФЭ. Переход в ПТФЭ, происходящий при 30 °С, явно не регистрируется при данных режимных условиях опытов.





202

N⁰	Показатель	ПЭНП (ПЭВД) ГОСТ 16337–77
1	Плотность ρ , кг/м ³	920930
2	Температура плавления, °С	110
3	Теплостойкость по Мартенсу Т, К	353363
4	Теплопроводность λ, Вт/(м·К)	0,330,36
5	Удельная теплоемкость с, кДж/(кг·К)	1,882,51
6	Рабочая температура, °С	- 120100
7	Прочность по Бринеллю, МПа	1723

7.4. Свойства ПЭНП (ПЭВД)

Полиэтилен низкой плотности (ПЭНП), или полиэтилен высокого давления, производящийся при высоком давлении. Степень кристалличности ПЭНП ≈ 60%. ПЭНП выгодно отличается от других термопластов сочетанием высокой прочности с достаточной эластичностью и способностью работать в очень широком интервале температур (от –120 до 100 °C). В таблице 7.4 приведены некоторые свойства ПЭНП.

Пенополистирол – газонаполненный материал на основе полистирола. Полистирол – термопластичный полимер преимущественно линейного строения [2, 3]. Изготавливают пенополистирол вспениванием композиций на основе полистирола с газообразователями. Все механические свойства пенополистирола зависят от кажущейся плотности [2, 3].

В данной работе использовали пенопластовые полистирольные плиты (ГОСТ 15588–86) марки ПСБС с плотностью 25...40 кг/м³, теплопроводностью $\lambda = 0,052$ Вт/(м·К), максимальная температура применения $T_{\text{max}} = 70$ °С.

7.2. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО МОДЕЛИ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

7.2.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ ПО АНОМАЛИЯМ ТЕПЛОВОЙ АКТИВНОСТИ ПОЛИМЕРОВ С РОСТОМ ТЕМПЕРАТУРЫ

Разработаны два метода регистрации структурных переходов в полимерных материалах по модели плоского полупространства [351, 352, 370, 378, 380, 386, 391, 395, 400, 403, 424, 429, 431].

Первый метод предполагает фиксирование температурных характеристик структурных переходов в полимерных материалах по аномалиям тепловой активности. Метод предусматривает проведение калибровки ИИС [341, 348 – 352, 355 – 358, 363, 366, 370 – 373].

На рисунке 7.2, *а* представлена экспериментальная термограмма, зафиксированная центральной термопарой на изделии из ПТФЭ при следующих условиях: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 15$ °C; радиус



Рис. 7.2. Термограмма для изделия из ПТФЭ в координатах *T**, τ (*a*) и *T**, √τ (*б*)

нагревателя $R_{пл} = 4 \cdot 10^{-3}$ м; мощность на нагревателе W = 0.8 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0.5$ с; материал подложки зонда – рипор; толщина подложки зонда – $20 \cdot 10^{-3}$ м; толщина образца – $25 \cdot 10^{-3}$ м.

Из данных, представленных на рис. 7.2, *а*, видно, что при температуре 20 и 30 °C в ПТФЭ наблюдаются эндотермические эффекты, сопровождающие внутрикристаллические переходы в твердой фазе.

На рисунке 7.2, б представлена та же термограмма, построенная в координатах T^* , $\sqrt{\tau}$ (выделен рабочий участок). Из данных, представленных на рис. 7.2, видно, что линейная зависимость температуры от $\sqrt{\tau}$ прерывается ступенькой при 20 °C, что соответствует априорным ожиданиям, так как известно, что фазовые переходы происходят при постоянной температуре. Таким образом, твердофазный переход в ПТФЭ, соответствующий переходу триклинической упаковки в менее упорядоченную гексагональную при 19,6 °C зафиксирован в виде отклонения от теоретической кривой (прямой линии в координатах *T*, $\sqrt{\tau}$).

Применение данного метода проиллюстрировано примерами, приведенными далее (см. рис. 7.3 – 7.8). Режимы проведения экспериментов представлены в табл. 7.5.

На рисунке 7.3 представлен график зависимости $\varepsilon^* = f(T_s)$, полученный по термограмме, зафиксированной в центре зонда. Твердофазный переход в ПТФЭ зафиксирован при температуре $T_n = 29.8$ °C и

№ п/п	Материал	Радиус нагревателя, $R_{\rm m}, \times 10^3$,м	Толщина образца, ×10 ³ , м	Начальная температура опыта, <i>T</i> ₁₁ , °С	Мощность на нагревателе, W, Bт	Временной шаг измерения температуры, Δτ, с
1	ПТФЭ	4	15	23	0,7	0,5
2	ПТФЭ	4	15	25	0,7	0,5
3	Ф4К20	4	7	26	0,7	0,5
4	Капролон	4	14	21	0,7	0,5
5	ПТФЭ	2,5	15	16	0,6	0,5
6	ПТФЭ	2,5	15	25	0,6	0,5
7	Стекло КВ	2,5	90	16	0,6	0,5
8	ПТФЭ	4	15	15,5	0,8	0,5

7.5. Режимы экспериментов





Рис. 7.3. Зависимость є^{*} = f(T_s), построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 1 табл. 7.5

Рис. 7.4. Зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 2 табл. 7.5

скорости нагрева v = 10 °С/мин. Следует отметить, что данный твердофазный переход в ПТФЭ проявился в области рабочего участка термограммы.

Графики зависимостей, представленные на рис. 7.4 и рис. 7.5, получены обработкой термограмм по разработанным алгоритмам согласно первому методу. Твердофазный переход в ПТФЭ (v = 16 °С/мин) зафиксирован при температуре $T_{\rm n} = 30$ °С. Твердофазный переход в Ф4К20 (v = 18 °С/мин) также зафиксирован при температуре $T_{\rm n} = 30$ °С.

Анализируя представленные зависимости (рис. 7.4 и 7.5), можно сделать вывод о том, что температурная область твердофазного перехода в ПТФЭ проявилась на рабочем участке термограммы.

На рисунке 7.6 представлен график зависимости $\varepsilon^* = f(T_s)$, полученный по термограмме, зафиксированной в центре зонда на изделии из капролона. Твердофазное превращение в капролоне зафиксировано в интервале температур 24,7...25,3 °C на рабочем участке термограммы (v = 16 °C/мин).

Графики зависимостей, представленные на рис. 7.7 – 7.9, также получены обработкой термограмм по разработанным алгоритмам согласно первому методу, но при этом использовали зонд, радиус нагревателя которого $R_{nn} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ м. На рисунке 7.7 фазовый переход в ПТФЭ при $T_n = 19,6$ °С не зафиксирован вследствие большой скорости нагрева (v = 26 °С/мин). Рабочий участок начинается позже (при температуре свыше 20 °С). Второй твердофазный переход в ПТФЭ зафиксирован при значении температуры $T_n = 29,9$ °С.



Рис. 7.5. Зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из Ф4К20. Опыт № 3 табл. 7.5



Рис. 7.6. Зависимость ε^{*} = f(T_s), построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Опыт № 4 табл. 7.5





Рис. 7.7. Зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 5 табл. 7.5

Рис. 7.8. Зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 6 табл. 7.5

Таким образом, полиморфные твердофазные переходы могут быть зафиксированы и на третьем (переходном) участке термограммы.



Рис. 7.9. Зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из стекла КВ. Опыт № 7 табл. 7.5

На рисунке 7.8 твердофазный переход в ПТФЭ при $T_n = 30$ °C не зафиксирован, вследствие большой скорости нагрева (v = 60 °C/мин) и высокого значения начальной температуры опыта $T_{\rm H} = 25$ °C.

С целью сравнения полученных экспериментальных данных и подтверждения работоспособности метода НК на рис. 7.9 приведена зависимость $\varepsilon^* = f(T_s)$, полученная по термограмме, зафиксированной на стекле марки КВ. У стекла КВ в исследуемом интервале температур отсутствуют структурные переходы. Как видно из представленных данных, аномалий ТФС в исследуемом интервале температур при нагреве стекла марки КВ не наблюдается [386, 391, 413].

7.2.2. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО МОДЕЛИ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА БЕЗ ПРОВЕДЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В области структурных переходов при нагреве ПМ наблюдаются аномалии, выражающиеся в скачках и разрывах на зависимостях ТФС от температуры, которые могут быть зафиксированы по изменениям текущих параметров d_{0i} и d_{1i} *модели A* [362, 363, 366, 371, 380, 386, 392, 397].

Построив зависимости одного из параметров d_{0i} , d_{1i} от температуры исследуемого изделия, по характерным пикам определяют температурные интервалы структурных переходов в полимерных материалах без проведения калибровочных экспериментов.

В качестве примера реализации второго метода неразрушающего контроля структурных переходов в полимерных материалах, рассмотрим экспериментальные данные, представленные на рис. 7.10 – 7.14.



Рис. 7.10. Зависимость $d_0 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 1 табл. 7.5



Рис. 7.11. Зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 1 табл. 7.5

На рисунках 7.10 и 7.11 представлены зависимости $d_0 = f(T_s)$, $d_1 = f(T_s)$, построенные по термограмме, зафиксированной в опыте № 1 (табл. 7.5). Исследовали изделие из ПТФЭ. Второй рабочий участок термограммы зафиксирован в интервале температур 28...32 °С. Полиморфный твердофазный переход проявился при $T_n = 29,8$ °С аномалиями на кривых $d_0 = f(T_s)$ и $d_1 = f(T_s)$. Полученные результаты обработки экспериментальных данных по второму методу хорошо согласуются с результатами, полученными по первому методу (рис. 7.3, опыт № 1 табл. 7.5). Однако, как уже указывалось выше, применение второго метода не требует дорогостоящей и продолжительной процедуры калибровки ИИС по образцовым мерам с известными ТФС, что существенно удешевляет экспресс-анализ.

На рисунке 7.12 представлена зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Твердофазный переход в ПТФЭ при $T_n = 30$ °С зафиксирован на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первому методу (рис. 7.4, опыт № 2 табл. 7.5).

На рисунке 7.13 представлена зависимость $d_1 = f(T_s)$ для изделия из Ф4К20. Твердофазный переход в Ф4К20 при $T_n = 30$ °C зафиксирован на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первому методу (рис. 7.5, опыт № 3 табл. 7.5).



Рис. 7.12. Зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 2 табл. 7.5



Рис. 7.13. Зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из Ф4К20. Опыт № 3 табл. 7.5

На рисунке 7.14 представлена зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Твердофазный переход в капролоне зафиксирован при $T_n = 24,9$ °C на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первому методу (рис. 7.6, опыт № 4 табл. 7.5).



Рис. 7.14. Зависимость $d_1 = f(T_s)$, построенная по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Опыт № 4 табл. 7.5

Рассмотрим *модель А* как случайный стационарный процесс. Случайные стационарные процессы протекают во времени однородно. Частные реализации этих процессов с постоянной амплитудой колеблются относительно средней функции, для которых дисперсии по сечениям – постоянные величины. Если в исследуемом полимерном материале происходит, например, твердофазный переход из одной кристаллографической модификации в другую, который сопровождается тепловым эффектом, то величины дисперсий коэффициентов d_{0i} и d_{1i} будут резко изменяться в достаточно узких временных и температурных интервалах. При обработке экспериментальных данных дисперсии текущих значений параметров d_{0i} и d_{1i} для каждого интервала термограммы оценивали по формулам (4.10) и (4.11) [370, 376, 383, 391, 397].

Экспериментальные данные, полученные в опыте № 8 (табл. 7.5), были обработаны с помощью разработанной программы [429, 431], реализующей алгоритм, в основу которого положены формулы (4.10) и (4.11).



Рис. 7.15. Зависимости: $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ (*a*) и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ (*б*) для ПТФЭ. Опыт № 8 табл. 7.5

Результаты в виде графиков зависимостей $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ для изделия из ПТФЭ представлены на рис. 7.15. Как видно из полученных результатов, полиморфные твердофазные переходы в ПТФЭ проявились в виде дублетов в интервалах температуры 19...22 °C и 28...32 °C [413, 418, 419, 422, 424].

Наиболее распространенными причинами множественности пиков на кривых при неразрушающем контроле структурных переходов в полимерных материалах являются реорганизация и рекристаллизация метастабильных кристаллов и сложенных цепей при медленном нагревании или остывании [9]. В большинстве случаев процессы реорганизации или рекристаллизации кристаллов, которые могут идти и одновременно, приводят к появлению сложной – дублетной или триплетной эндотермы. Форма кривой в этом случае зависит от кинетики процесса: температуры пиков могут смещаться с изменением скорости нагревания, а также с уменьшением скорости возрастает относительная интенсивность более высокотемпературного пика.

Примеры таких изменений, например, в дублетах плавления полимеров, обусловленных рекристаллизационными процессами, приводятся в работе [9].

На рисунке 7.16 представлены зависимости $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ для изделия из ПТФЭ, полученные в результате обработки термограммы (опыт № 2 табл. 7.5). Твердофазный переход в ПТФЭ зафиксирован при $T_n = 30$ °C на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первому методу (рис. 7.4 и рис. 7.12, опыт № 2 табл. 7.5).

На рисунке 7.17 представлены зависимости $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ для изделия из Ф4К20, полученные по термограмме, зафиксированной в опыте № 3 табл. 7.5. Твердофазный переход в Ф4К20 зафиксирован при $T_n = 30$ °C на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первому методу (рис. 7.5 и рис. 7.13, опыт № 3 табл. 7.5).

На рисунке 7.18 представлены зависимости $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$, полученные по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Условия соответствуют режиму опыта № 4 табл. 7.5. Твердофазный переход в капролоне зафиксирован при $T_n = 24,9$ °C на рабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными при обработке термограммы по первому методу (рис. 7.6 и рис. 7.14, опыт № 4 табл. 7.5).



Рис. 7.16. Зависимости: $S_{d_1}^2 = f(T_s)(a)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)(\delta)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 2 табл. 7.5

На рисунке 7.19 представлены зависимости $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$, полученные по термограмме, зафиксированной в опыте № 5 табл. 7.5, для изделия из ПТФЭ.

Твердофазный переход в ПТФЭ зафиксирован при $T_{\rm n} = 29,9$ °С на нерабочем участке термограммы. Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по термограмме и обработанными по первому методу (рис. 7.7, опыт № 5 табл. 7.5).



Рис. 7.17. Зависимости: $S_{d_1}^2 = f(T_s)(a)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)(\delta)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из Ф4К20. Опыт № 3 табл. 7.5

На рисунке 7.19, *а* твердофазный переход зафиксирован явно при $T_{\rm n} = 20,1$ °C. Это свидетельствует о высокой чувствительности параметра $S_{d_1}^2$ на зависимостях $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ к проявлению твердофазных переходов, сопровождающихся поглощением тепла [377, 378, 383, 384, 387, 391, 392, 397].

При регистрации термограмм возникают наводки, наблюдается некоторая нестабильность мощности на нагревателе. Некоторая зашумленность термограмм, проявляющаяся затем на графических зависимостях $S_{d_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)$, может быть устранена с помощью коррекции [327 – 329].



Рис. 7.18. Зависимости: $S_{d_1}^2 = f(T_s)(a)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)(b)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Опыт № 4 табл. 7.5

Для получения скорректированных термограмм использовали пакет прикладных программ Advanced Grapher Version 2.03. Критериями для принятия аппроксимирующей функции при описании экспериментальной термограммы являлись: наибольшее значение множественного коэффициента детерминации и наименьшее значение стандартной ошибки аппроксимации.

Обработка термограмм с целью удаления шумов из-за нестабильности мощности на нагревателе, наводок и других факторов позволила получить зависимости $S_{d_0}^2 = f(T_s)$, на которых зафиксированы твердофазные переходы в ПТФЭ при 19,6 и 30 °C.


Рис. 7.19. Зависимости: $S_{d_1}^2 = f(T_s)(a)$ и $S_{d_0}^2 = f(T_s)(\delta)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из ПТФЭ. Опыт № 5 табл. 7.5

На рисунке 7.20 зафиксирован твердофазный переход при 30 °C в коксонаполненном политетрафторэтилене марки Ф4К20. На рисунке 7.21 отображен твердофазный переход в капролоне при 24,9 °C.

Для повышения достоверности полученных результатов при неразрушающем контроле структурных переходов в ПМ по модели плоского полупространства может быть использована информация об изменениях всех параметров, а именно: ε^* , $S_{d_0}^2$, $S_{d_1}^2$, d_0 и d_1 , в функции от температуры.

Таким образом, разработанный метод НК, основанный на модели плоского полупространства, и ИИС позволяют за короткое время фиксировать структурные переходы в ПМ с достаточной точностью.



Рис. 7.20. Зависимость $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ для изделия из Ф4К20, построенная по скорректированной термограмме



Рис. 7.21. Зависимость $S_{d_0}^2 = f(T_s)$ для изделия из капролона, построенная по скорректированной термограмме

Получение информации о структурном переходе по параметрам d_0 , d_1 , $S_{d_0}^2$ и $S_{d_1}^2$ не требует калибровки ИИС, что значительно упрощает и ускоряет обработку результатов, существенно удешевляет метод [384, 386, 387, 390 – 394].

Помимо твердофазных переходов в полимерах проявляются и релаксационные переходы, контроль температурных характеристик которых затруднен вследствие того, что проявление релаксационных переходов существенно зависит от скорости нагрева. С ростом скорости изменения температуры релаксационные переходы перемещаются в сторону больших температур, чего не происходит с фазовыми переходами [9, 10].

7.2.3. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПЕРЕХОДОВ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО МОДЕЛИ ПЛОСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

В настоящее время установлено, что релаксационные явления обусловливают весь комплекс свойств, как чистых полимеров, так и наполненных материалов на их основе. В связи с этим исследовали возможность регистрации релаксационных переходов в ряде полимеров: капролоне, поликапроамиде и ПММА.

На рисунке 7.22 представлены зависимости $\varepsilon^* = f(T_s)$ и $d_1 = f(T_s)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона. Графики построены по термограмме, зафиксированной в центре зон-



Рис. 7.22. Зависимости: $\varepsilon^* = f(T_s)(a)$ и $d_1 = f(T_s)(\delta)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из капролона

да. Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 23,3$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 30$ мм.

На рисунке 7.23 представлены зависимости $\varepsilon^* = f(T_s)$ и $d_1 = f(T_s)$ для изделия из поликапроамида (ПА-6). Графики построены по термограмме, зафиксированной в центре зонда.

Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 22$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm nn} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 25$ мм.



Рис. 7.23. Зависимости: $\mathbf{\varepsilon}^* = f(T_s)(a)$ и $d_1 = f(T_s)(b)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из поликапроамида

На рисунке 7.24 представлены зависимости $\varepsilon^* = f(T_s)$ и $d_1 = f(T_s)$ для изделия из ПММА. Графики (рис. 7.24) построены по термограмме, зафиксированной в центре зонда. Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 23,4$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 25$ мм.



Рис. 7.24. Зависимости: $\varepsilon^* = f(T_s)(a)$ и $d_1 = f(T_s)(\delta)$, построенные по термограмме, зафиксированной на изделии из ПММА

На представленных зависимостях зафиксированы релаксационные переходы: в капролоне при $T_{\rm n} = 37$ °С ($\nu = 10$ °С/мин); в поликапроамиде при $T_{\rm n} = 27$ °С ($\nu = 16$ °С/мин); в полиметилметакрилате (ПММА) при $T_{\rm n} = 32$ °С ($\nu = 16$ °С/мин). Полученные результаты хорошо согласуются с литературными данными [2, 3, 6, 10, 36].

Известно, что в капролоне релаксационной α_1 -переход связан с сегментальным движением в аморфной части полимера, расположенной в межфазовых слоях. В поликапроамиде релаксационный α -переход, связан с сегментальным движением в аморфной части полимера. Температура около 32 °C в ПММА может быть отождествлена с температурой γ_4 -перехода. За γ_4 -переход следует считать ответственным вращение боковых эфирных групп СООСН₃ вокруг оси, направленной вдоль полимерной цепи.

Таким образом, показана возможность определения температурных характеристик релаксационных переходов в полимерных материалах разработанными методами [413 – 418, 426 – 433].

7.3. КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО МОДЕЛИ СФЕРИЧЕСКОГО ПОЛУПРОСТРАНСТВА

Разработаны два метода контроля структурных превращений в полимерных материалах по модели сферического полупространства [336, 349 – 352, 355 – 358, 363, 366, 370 – 374, 376 – 383, 426 – 428, 430 – 433].

Первый метод предполагает фиксирование температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах по аномалиям ТФС в узких температурном и временном интервалах с изменением интенсивного параметра (температуры или времени) и предусматривает проведение градуировки ИИС по двум образцовым мерам [413 – 417].

На рисунке 7.25 представлена экспериментальная термограмма, полученная центральным ТП на изделии из ПТФЭ при следующих условиях: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 15$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 0.8 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0.5$ с; материал подложки зонда – рипор; толщина подложки зонда $H_{\rm n} - 20$ мм; толщина образца – 25 мм.

Из представленных данных (рис. 7.25) видно, что при температурах около 20 и 30 °C в ПТФЭ наблюдаются процессы, связанные с поглощением тепла.

На рисунке 7.26 представлена та же термограмма, построенная в координатах T^* , $1/\sqrt{\tau}$ (т. е. выделен IV рабочий участок).



Рис. 7.26. Термограмма для ПТФЭ в координатах T^* , $1/\sqrt{\tau}$

На рисунке 7.26 линейная зависимость температуры от $1/\sqrt{\tau}$ прерывается ступенькой при температуре 30 °C. Известно, что твердофазные превращения происходят при постоянной температуре. Таким образом, твердофазное превращение в ПТФЭ при 30 °C зафиксировано

в виде отклонения от теоретической кривой (прямой линии в координатах T, $1/\sqrt{\tau}$).

На рисунке 7.27 представлены графики зависимостей $\lambda^* = f(T_s)$, полученные по термограммам, снятым термопарами, расположенными в центре зонда и на расстоянии 7 мм от центра зонда, в одном опыте.



Рис. 7.27. Зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограммам, снятым: a - в центре зонда; $\delta - на$ расстоянии 7 мм от центра зонда. Опыт № 1 (табл. 7.6)

Условия опыта представлены в табл. 7.6. Твердофазный переход в ПТФЭ проявился при $T_{\rm n} = 30$ °C (рис. 7.27, *a*) и $T_{\rm n} = 29,5$ °C (рис. 7.27, *b*). Следует отметить, что твердофазное превращение в ПТФЭ, соответствующее температуре перехода $T_{\rm n} = 30$ °C, пришлось на области рабочих участков термограмм, зафиксированных двумя каналами [420, 422, 424, 427, 428].

Графики зависимостей, представленные на рис. 7.28, получены обработкой термограмм по разработанным алгоритмам согласно первому методу. При этом использовали два сменных зонда. Испытания проводили на одном и том же образце ПТФЭ при разных условиях проведения эксперимента (табл. 7.6, опыты № 2, № 3). Твердофазный переход в ПТФЭ проявился при $T_{\pi} = 30$ °C на обеих зависимостях. Рабочие участки термограмм в опытах № 2 и № 3 определяются позже, т.е. при температурах свыше 35 °C.

Однако, полиморфные твердофазные превращения проявляются и на третьем участке термограмм, что свидетельствует о работоспособности первого метода на нерабочих участках [391, 392, 403, 417, 422, 424, 430 – 433].

			Размерные параметры		Режимные параметры	
Onmer Me	№ термопары, считая от центра зонда	Материал исследуемого изделия	Радиус нагревателя <i>R</i> ш, мм	Толщина изделия Н _и , мм	Начальная температура опыта <i>T</i> _н , °С	Мощность на нагревателе W, Bт
1	2	3	4	5	6	7
1	1, 2	ПТФЭ	4	14	13,8	0,98
2	1	ПТФЭ	2,5	25	16	1,6
3	2	ПТФЭ	4	25	24,3	0,6
4	1	Ф4К20	2,5	25	18,3	1,8
5	1, 2	Ф4К20	4	23	15,3	1,1
6	1	Стекло КВ	4	150	22,9	1

7.6. Условия опытов при испытании изделий из ПТФЭ, Ф4К20 и КВ. Стадия нагрева



Рис. 7.28. Зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ для ПТФЭ. Опыты № 2 (а) и № 3 (б) (табл. 7.6)

Были исследованы зависимости коэффициента теплопроводности λ от температуры в зоне структурных превращений: 19,6 и 30 °С для ПТФЭ в стационарном тепловом режиме на модернизированном приборе ИТ-3. В основу положен термометрический метод и прибор для определения теплопроводности неметаллических материалов ИТТФ АИ УССР, предназначенный для измерений на плоских образцах.

На рисунке 7.29, а представлена зависимость λ от температуры в зоне структурного превращения 30 °С для ПТФЭ. Характер кривой объясняется присутствием структурного превращения в кристаллической фазе в ПТФЭ при 30 °С, которое сопровождается поглощением тепла. Операция сглаживания по методу скользящего среднего позволила определить гладкую компоненту и остатки (неровности). Гистограмма остатков приведена на рис. 7.29, б. Остатки имеют распределение, близкое к нормальному с центром группирования около «0». Доверительный предел в результате сглаживания составляет ±0,0061.

Главным недостатком стационарного метода измерения коэффициента теплопроводности λ является длительность установления необходимого теплового режима при каждой заданной температуре и сравнительно низкая точность. Однако, стационарный метод измерения все же позволяет определять коэффициент теплопроводности как при отсутствии переходов, так и в области переходов (рис. 7.29, *a*).



Рис. 7.29. Зависимость λ от *T* для ПТФЭ (*a*) и гистограммы остатков (*б*)

227



Рис. 7.30. Зависимости для Ф4К20: $a - \varepsilon^* = f(T_s); \, \delta - \lambda^* = f(T_s); \, \delta - c^* = f(T_s).$ Опыт № 4 (табл. 7.6)

На рисунке 7.30 представлены результаты опыта № 4 (табл. 7.6). Исследовали материал – Ф4К20. На экспериментальных зависимостях $\varepsilon^* = f(T_s)$, $\lambda^* = f(T_s)$, $c^* = f(T_s)$ зафиксирован твердофазный переход в Ф4К20 при $T_n = 30$ °C. Анализируя представленные зависимости, можно сделать вывод о том, что область твердофазного превращения совпала с рабочим участком термограммы. Наиболее интенсивно полиморфный твердофазный переход проявился на кривой $c^* = f(T_s)$ [386, 391, 397, 400, 408, 413, 414].



Рис. 7.31. Зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ для Ф4К20, построенные по термограммам, снятым: *а* – в центре зонда; δ – на расстоянии 7 мм от центра зонда. Опыт № 5 (табл. 7.6)

На рисунке 7.31 представлены графики зависимостей $\lambda^* = f(T_s)$ для Ф4К20, полученные по термограммам, снятым термопарами, расположенными в центре зонда и на расстоянии 7 мм от центра зонда, в одной реализации эксперимента. Твердофазный переход в ПТФЭ проявился при $T_n = 29,6$ °C (рис. 7.31, *a*) на третьем участке термограммы. На рисунке 7.31, *б* зафиксирован твердофазный переход в Ф4К20 (на границе третьего и четвертого (рабочего) участков термограммы) при $T_n = 29,8$ °C.

Для сопоставления экспериментальных данных на рис. 7.32 приведены зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ и $\varepsilon^* = f(T_s)$, полученные по термограмме, снятой на стекле марки КВ, у которого в исследуемом интервале температур отсутствуют структурные переходы (рис. 7.32). Как видно из представленных данных (рис. 7.32), аномалий ТФС в исследуемом интервале температур при нагреве изделия из стекла марки КВ не наблюдается.

Второй метод не требует проведения градуировочных экспериментов и может быть использован для экспресс-контроля.

В области структурных превращений, сопровождающихся тепловыми эффектами, наблюдаются аномалии, выражающиеся в скачках и разрывах на зависимостях ТФС от температуры (или времени). Температурно-временные характеристики структурных превращений могут быть определены по изменениям текущих параметров b_{0i} , b_{1i} , h_i modeлей B, C.

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.

В качестве примера применения второго метода рассмотрим экспериментальные данные, представленные на рис. 7.33 и 7.34 [386, 391, 392].

На рисунке 7.33 представлены зависимости $b_1 = f(T_s)$, $b_0 = f(T_s)$, построенные по термограммам, зафиксированным в опыте № 4 (табл. 7.6). Исследовали изделие из Ф4К20. Четвертый рабочий участок термограммы зафиксирован в температурном интервале 24...34 °C. Твердофазное превращение в материале Ф4К20 проявилось при $T_n = 30$ °C в виде аномалий на кривых $b_1 = f(T_s)$ и $b_0 = f(T_s)$.

Полученные результаты обработки экспериментальных данных по второму методу хорошо согласуются с результатами обработки экспериментальных данных по первому методу (рис. 7.30, опыт № 4 табл. 7.6). Однако, как уже указывалось выше, применение второго метода не требует дорогостоящей и продолжительной процедуры калибровки ИИС по образцовым мерам ТФС, что существенно удешевляет экспресс-анализ.



Рис. 7.32. Зависимости для стекла марки КВ: $a - \lambda^* = f(T_s)$ и $\delta - \varepsilon^* = f(T_s)$. Опыт № 6 (табл. 7.6)

На рисунке 7.34 представлены зависимости $b_1 = f(T_s)$, $b_0 = f(T_s)$ для ПТФЭ, полученные в результате обработки термограмм, зафиксированных в опыте № 3 (табл. 7.6). Полиморфное твердофазное пре-

вращение в ПТФЭ при $T_{\rm n} = 30$ °С зарегистрировано на третьем (нерабочем участке термограммы). Полученный результат согласуется с экспериментальными данными, полученными по первой методике (рис. 7.29, опыт № 3 табл. 7.6) [391, 400], а также с литературными данными.



Рис. 7.33. Зависимости для Ф4К20: $a - b_1 = f(T_s); \ \delta - b_0 = f(T_s).$ Опыт № 4 (табл. 7.6)



Рис. 7.34. Зависимости для ПТФЭ: $a - b_1 = f(T_s); \ bar{o} = f(T_s)$. Опыт № 3 (табл. 7.6)

Анализируя экспериментальные данные, представленные на рис. 7.27 – 7.34, можно увидеть, что отдельные точки обращают на себя внимание значительными отклонениями от остальных. При этом сама «значительность» отклонения весьма субъективна, в связи с чем был проведен анализ рядов наблюдений статистическим путем (раздел 7.4) [407, 408].



 $a - S_{b_1}^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_{b_0}^2 = f(T_s)$. Опыт № 2 (табл. 7.6)

Установлено, что текущие значения теплофизических характеристик (λ^* , ε^* , c^*) и параметров аналитических моделей d_{1i} , d_{0i} , b_{1i} , b_{0i} , h_i на рабочих участках термограмм вне зоны структурного превращения подчиняются нормальному закону распределения случайных величин [407, 408].

Каждое значительное отклонение текущих значений коэффициентов теплопроводности λ^* , тепловой активности ε^* , теплоемкости c^* и параметров аналитических моделей d_{1i} , d_{0i} , b_{1i} , b_{0i} , h_i , определяемых по термограммам, соответствовало нарушению нормального закона распределения, изменению его параметров, иными словами, нарушению однородности ряда наблюдений. Доказательства неслучайности некоторых наблюдений на экспериментальных кривых зависимостей $\varepsilon^* = f(T_s)$ для ПТФЭ, зафиксированных в девяти опытах по 315 наблюдаемым значениям текущих значений ε^* , зафиксированных на рабочих участках термограмм, приведены в работе [408].

Будем рассматривать *модели* **Б** и **С** как случайные стационарные процессы. Случайные стационарные процессы протекают во времени однородно. Частные реализации этих процессов 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 временных и температурных интервалах.

Экспериментальные данные, полученные в опыте № 2 (табл. 7.6), были обработаны с помощью разработанной программы [432]. Результаты в виде графиков зависимостей $S_{b_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{b_0}^2 = f(T_s)$, представлены на рис. 7.35. Как видно из представленных данных, твердофазные превращения в ПТФЭ при 20 °С и 30 °С зафиксированы. Однако, твердофазное превращение в ПТФЭ при 20 °С явно не регистрируется изза высоких скоростей нагрева (более 20 °С/мин). Температурный интервал T = 18...22 °С существенно удален от температурного интервала IV рабочего участка термограммы. Твердофазное превращение в ПТФЭ проявилось на зависимостях $S_{b_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{b_0}^2 = f(T_s)$ в виде дублетов с минимумом при 30 °С [391, 398, 400].

На рисунках 7.36 и 7.37 представлены зависимости $S_{b_1}^2 = f(T_s)$ и $S_{b_0}^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограммам, снятым в центре зонда (рис. 7.36) и на расстоянии 7 мм от центра зонда (рис. 7.37) в одной реализации эксперимента. Условия опыта: начальная температура $T_{\mu} = 15$ °C; радиус нагревателя $R_{\mu} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 0.8 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0.5$ с; толщина образца 14 мм.

Твердофазное превращение в ПТФЭ при 30 °C зарегистрировано на всех четырех зависимостях (рис. 7.36, 7.37) в виде дублетов. Твердофазное превращение в ПТФЭ при 19,6 °C явно не проявилось из-за высоких скоростей нагрева в температурном интервале 15...22 °С. Однако на зависимостях $S_T^2 = f(T_s)$, представленных на рис. 7.38 (построенных по термограммам, снятым в центре зонда и на расстоянии 7 мм от центра зонда в одном опыте), полиморфные твердофазные переходы в ПТФЭ при 19,6 и 30 °С проявились. Эти зависимости построены



Рис. 7.36. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда:

 $a - S_{b1}^2 = f(T_s)$ и $\tilde{o} - S_{b_0}^2 = f(T_s)$

по термограммам, зафиксированным в том же опыте, что и данные рис. 7.35 – 7.37. Последнее свидетельствует о высокой чувствительности параметра S_T^2 на зависимостях $S_T^2 = f(T_s)$ к проявлению твердофазных переходов, сопровождающихся поглощением тепла.



Рис. 7.37. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой на расстоянии 7 мм от центра зонда: $a - S_{b_1}^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_{b_2}^2 = f(T_s)$



Рис. 7.38. Зависимости $S_T^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой: a - в центре зонда; δ – на расстоянии 7 мм от центра зонда

Разработанные методы включают возможность одновременного фиксирования температурных откликов в нескольких заданных точках поверхности тела на стадии остывания после отключения нагревателя. Полученные решения, описывающие термограмму на рабочих участках (VII), позволяют вычислять текущие значения теплофизического комплекса μ^* и строить зависимости $\mu^* = f(T_s)$ и $\mu^* = f(\tau)$ [391, 400].

В области структурных превращений на зависимостях $\mu^* = f(T_s)$ и $\mu^* = f(\tau)$ наблюдаются аномалии, выражающиеся в скачках и разрывах. Градуировка ИИС по образцовым мерам ТФС при применении данной методики обязательна [380, 386, 391, 397, 432].

Фиксирование аномалий на зависимостях текущих значений параметра h_i от температуры ($h_i = f(T_s)$) позволяет проводить экспрессанализ экспериментальных данных. В этом случае не требуется градуировки ИИС.

Фиксирование аномалий на зависимостях дисперсии коэффициента h_i от температуры ($S_h^2 = f(T_s)$) также позволяет проводить экспресс-анализ экспериментальных данных с целью регистрации температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ [383, 391, 400].

На рисунках 7.39 и 7.40 представлены зависимости $\mu^* = f(T_s)$, $h = f(T_s)$, $S_h^2 = f(T_s)$, $S_T^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда в опыте № 1 (табл. 7.7). Полиморфный твердофазный переход в ПТФЭ при $T_{\Pi} = 30$ °С явно проявился в виде аномалий на построенных кривых. Наиболее интенсивно переход проявился на зависимости $S_T^2 = f(T_s)$ [391].

Опыт № № телмопалы.		Размерные параметры		Режимные параметры		
	№ термопары, считая от центра зонда	Радиус нагревателя <i>R</i> _{ил} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> _и , мм	Мощность на нагревателе <i>W</i> , Br	Температура начала стадии нагрева $T_{ m h},^{\circ}{ m C}$	Температура начала стадии остывания $T_{\rm o},^{\circ}C$
1	2	3	4	5	6	7
1	1	4	25	1,5	21,4	53,3
	2	4	25	1,5	21,4	45,1
	3	4	25	1,5	21,4	41,9
2	1	4	20	1,0	19,0	51,3
	2	4	20	1,0	19,0	44,6

7.7. Условия опытов при теплофизических испытаниях ПТФЭ. Стадия остывания



Рис. 7.39. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда: $a - \mu^* = f(T_s)$ и $\delta - h = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)

На рисунках 7.41 – 7.44 представлены зависимости $\mu^* = f(T_s)$, $h = f(T_s)$, $S_h^2 = f(T_s)$, $S_T^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограммам, зафиксированным на расстояниях 7 мм (рис. 7.41 и 7.42) и 9 мм (рис. 7.43 и 7.44) от центра зонда в той же реализации эксперимента

(опыт № 1, табл. 7.7). Твердофазный переход в ПТФЭ при $T_{\rm n} = 30$ °C проявился на зависимостях в виде дублетов и триплетов, что требует дополнительных объяснений.



Рис. 7.40. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда:

 $a - S_h^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_T^2 = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)



Рис. 7.41. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда: $a - \mu^* = f(T_s)$ и $\delta - h = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)

Наиболее распространенными причинами множественности процесса превращения являются реорганизация и рекристаллизация метастабильных кристаллов и сложенных цепей (КСЦ) при медленном нагревании или остывании. В большинстве случаев процессы реорганизации или рекристаллизации кристаллов, которые могут идти и одновременно, приводят к появлению сложной – дублетной или триплетной эндотермы. Форма кривой в этом случае зависит от кинетики процесса: температуры пиков могут смещаться с изменением скорости нагревания, а также с уменьшением скорости возрастает относительная интенсивность более высокотемпературного пика. Примеры таких изменений, например, в дублетах плавления полимеров, обусловленных рекристаллизационными процессами, приводятся в работах [9, 10].





 $a - S_h^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_T^2 = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)



Рис. 7.43. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда: $a - \mu^* = f(T_s)$ и $\delta - h = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)

На рисунках 7.45 – 7.48 представлены зависимости $\mu^* = f(T_s)$, $h = f(T_s)$, $S_h^2 = f(T_s)$, $S_T^2 = f(T_s)$ для ПТФЭ, построенные по термограммам, снятым в центре зонда (рис. 7.45 и 7.46) и на расстоянии 7 мм от 244

центра зонда (рис. 7.47 и 7.48) в одном опыте (опыт № 2 табл. 7.6). Твердофазный переход в ПТФЭ в области $T_{\pi} = 30$ °С зафиксирован в виде дублетов в интервале температур 29,5...31,5 °С.





 $a - S_h^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_T^2 = f(T_s)$. Опыт № 1 (табл. 7.7)



Рис. 7.45. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой в центре зонда: $a - \mu^* = f(T_s)$ и $\delta - h = f(T_s)$. Опыт № 2 (табл. 7.7)

В [391] представлены термограммы для ПТФЭ, зафиксированные в центре зонда и на расстояниях 7 и 9 мм от центра зонда на стадиях 246 нагрева и остывания. Там же представлены значения скоростей изменения температуры. Исследовался образец из ПТФЭ (опыт № 2 табл. 7.7). Из представленных данных следует, что значения скорости изменения температуры в ПТФЭ при 30 °С составляют: на первом канале – 2,3 °С/мин; на втором и третьем каналах ≈ 1 °С/мин.





 $a - S_h^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_T^2 = f(T_s)$. Опыт № 2 (табл. 7.7)



Рис. 7.47. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой на расстоянии 7 мм от центра зонда: $a - \mu^* = f(T_s)$ и $\delta - h = f(T_s)$. Опыт № 2 (табл. 7.7)

В настоящее время со всей достоверностью установлено, что релаксационные явления обусловливают весь комплекс свойств полимерных материалов. В связи с этим исследовали возможность регистрации релаксационных переходов в ряде полимеров: капролоне, поликапроамиде и ПММА марки СО-95, используя методы с применением *моделей Б*, *С*.



гис. 7.40. Зависимости для ПТФЭ, построенные по термограмме, снятой на расстоянии 7 мм от центра зонда: $a - S_h^2 = f(T_s)$ и $\delta - S_T^2 = f(T_s)$. Опыт № 2 (табл. 7.7)

На рисунке 7.49 представлены зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ и $b_0 = f(T_s)$, полученные после обработки термограмм, снятых на изделии из капролона. Термограмма зафиксирована в центре зонда. Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 23,3$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 30$ мм.



Рис. 7.49. Зависимости: $\lambda^* = f(T_s)(a)$ и $b_0 = f(T_s)(b)$ для капролона, построенные по термограмме, зафиксированной в центре зонда

На рисунке 7.50 представлены зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ и $b_0 = f(T_s)$, полученные по термограмме, снятой на поликапроамиде (ПА-6). Термограмма, зафиксирована в центре зонда. Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 22,2$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm III} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} = 25$ мм.



Рис. 7.50. Зависимости: $\lambda^* = f(T_s)(a)$ и $b_0 = f(T_s)(b)$ для поликапроамида, построенные по термограмме, зафиксированной в центре зонда

На рисунке 7.51 представлены зависимости $\lambda^* = f(T_s)$ и $b_0 = f(T_s)$ для ПММА марки СО-95, построенные по термограмме, зафиксированной в центре зонда. Условия эксперимента: начальная температура опыта $T_{\rm H} = 23,4$ °C; радиус нагревателя $R_{\rm пл} = 4$ мм; мощность на нагревателе W = 1,5 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0,5$ с; толщина исследуемого изделия $H_{\rm H} - 25$ мм.

На представленных зависимостях зарегистрированы релаксационные переходы: в капролоне при $T_n = 37$ °C; в поликапроамиде при $T_n = 42,5$ °C; в ПММА марки CO-95 при $T_n = 50$ °C.



Рис. 7.51. Зависимости: $\lambda^* = f(T_s)(a)$ и $b_0 = f(T_s)(b)$ для ПММА марки СО-95, построенные по термограмме, зафиксированной в центре зонда
Полученные результаты хорошо согласуются с литературными данными. Известно, что в капролоне и поликапроамиде при данных температурах происходит α -переход, связанный с сегментальным движением в аморфной части полимера. Проявляющиеся в данном температурном интервале переходы α_1 и α_2 связаны с сегментальным движением, соответственно, в межфазовых слоях и аморфных участ-ках лучей сферолитов.

В ПММА (рис. 7.51) при температуре около 50 °С происходит постепенное размораживание сегментальной подвижности в объеме полимера. Температура квазихрупкости $T_{\rm kxp}$ = 323 К может быть отождествлена с температурой β-релаксации, являющейся предвестником αпроцесса релаксации [10, 36, 41, 69, 88, 276].

Таким образом, показана возможность определения температурно-временных характеристик релаксационных превращений в полимерных материалах разработанными методами [378, 380, 392, 422, 424, 426 – 433].

Разработанные первый и второй многомодельные методы НК структурных превращений в ПМ с применением плоского круглого нагревателя постоянной мощности обеспечивают достаточную точность и оперативность измерений за счет использования рабочих участков нескольких термограмм, зафиксированных в одной реализации эксперимента. Разработанные методы и ИИС позволяют за непродолжительное время фиксировать структурные переходы в ПМ по аномалиям ТФС, наиболее информативной из которых является теплоемкость. Получение информации о структурном переходе по параметрам d_{1i} , d_{0i} , b_{1i} , b_{0i} , $S_{d_{1i}}^2$, $S_{d_{0i}}^2$, $S_{b_{0i}}^2$ и $S_{b_{1i}}^2$ не требует калибровки ИИС, что значительно упрощает и ускоряет обработку полученных результатов [391 – 395, 397, 403, 413 – 415, 418 – 422, 424].

7.4. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО ИЗМЕНЕНИЯМ СКОРОСТИ НАГРЕВА ИЛИ ОСТЫВАНИЯ

Метод НК структурных переходов в ПМ по изменениям скорости нагрева или остывания реализовывали на изделиях из полиэтилена низкой плотности, политетрафторэтилена, коксонаполненного фторопласта.

Проведены эксперименты на изделии из ПЭНП, температура плавления которого $T_{\rm n} = 105$ °C.

В таблице 7.8 приведены условия опытов при испытании изделий из ПЭНП.

		Размерные п	параметры	Режимные параметры		
Опыт №	Материал изделия	Радиус нагревателя, <i>R</i> _{пл} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> _и , мм	Начальная температура опыта, <i>T</i> _н , °C	Мощность на нагревателе, <i>W</i> , Вт	
1	ПЭНП	4	15	19,7	0,5	
2	ПЭНП	4	15	20,0	1,0	
3	ПЭНП	4	15	19,5	1,5	

7.8. Условия опытов при испытании изделий из ПЭНП

На рисунке 7.52 представлены термограммы, полученные экспериментально при условиях, соответствующих опыту № 1. Значения скоростей нагрева V^* , зарегистрированные ТП, расположенными в центре нагревателя и на расстояниях 7 и 9 мм от центра, отнесенные к температуре точки контроля, представлены на рис. 7.53 и 7.54.

Так как в области, расположенной вблизи нагревателя и термоприемников, изделие из ПЭНП не нагрелось выше 90 °С, то плавления материала не произошло. На зависимостях $T^* = f(\tau)$ и $T^* = f(T_s)$, построенных по термограммам, представленным на рис. 7.52, существенных аномалий не наблюдается.



Рис. 7.52. Термограммы, полученные на изделии из ПЭНП. Опыт № 1 табл. 7.8



Рис. 7.53. Значения скорости нагрева в центре нагревателя, отнесенные к температуре. Опыт № 1 табл. 7.8



Рис. 7.54. Значения скоростей нагрева в точках контроля № 2 и № 3, отнесенные к температуре. Опыт № 1 табл. 7.8

На рисунках 7.55, 7.56 и 7.57 представлены результаты эксперимента, проведенного на изделии из ПЭНП по изменениям скорости нагрева (и остывания). В таблице 7.8 эти экспериментальные данные соответствуют опыту № 2. Образец из ПЭНП был нагрет согласно данным, представленным на рис. 7.55. На первой термограмме зафиксированы плавление (рис. 7.56) и кристаллизация из расплава (рис. 7.57) в области температуры $T_s = 100$ °C, что соответствует справочным данным. На термограммах $\mathbb{N} \ 2$ и $\mathbb{N} \ 3$ (рис. 7.55) из-за низких температур нагрева существенных отклонений на кривых $V^* = f(T_s)$ не обнаружено, что соответствует априорным ожиданиям.

На рисунке 7.58 представлены термограммы, полученные на изделии из ПЭНП согласно режиму опыта № 3 табл. 7.8.



Рис. 7.55. Термограммы, полученные на изделии из ПЭНП. Опыт № 2 табл. 7.8



Рис. 7.56. Значения скорости нагрева в центре нагревателя отнесенные к температуре нагревателя. Опыт № 2 табл. 7.8



Рис. 7.57. Значения скорости остывания в центре нагревателя отнесенные к температуре нагревателя. Опыт № 2 табл. 7.8



Рис. 7.58. Термограммы, полученные на изделии из ПЭНП. Опыт № 3 табл. 7.8

На рисунках 7.59, 7.60 представлены значения скоростей остывания в точках контроля, расположенных в плоскости контакта ИЗ и центра нагревателя и на расстояниях 7 и 9 мм от центра нагревателя. Как видно из представленных данных, на первой термограмме проявилась кристаллизация из расплава ПЭНП, которая идет с выделением тепла. Выделение тепла в точке, расположенной в центре, сказалось на результатах определения $V^* = f(\tau)$ и $V^* = f(T_s)$ на втором и третьем каналах измерения системы.



Рис. 7.59. Значения скоростей остывания в точках контроля № 1, № 2 и № 3. Опыт № 3 табл. 7.8



Рис. 7.60. Значения скорости остывания в центре нагревателя, отнесенные к температуре нагревателя. Опыт № 3 табл. 7.8

На кривой зависимости $V^* = f(T_s)$, полученной по первой термограмме, процесс кристаллизации ПЭНП из расплава явно зафиксирован при температуре около 100 °C, что соответствует справочным данным.

Следует отметить, что во всех опытах ($\mathbb{N} \circ 1 - \mathbb{N} \circ 3$), режимные и размерные параметры которых сведены в табл. 7.8, обработка термограммы согласно методу, основанному на регистрации скоростей нагрева или остывания, велась по k = 41 и $\Delta \tau = 0,25$ с, что объясняет достаточно большую методическую погрешность определения температуры кристаллизации.

Далее представлены результаты теплофизического эксперимента, проведенного на изделии из политетрафторэтилена (ПТФЭ). Ранее отмечалось, что при температуре ниже T = 19,6 °C элементарная ячей-ка кристалла ПТФЭ состоит из 13 групп CF₂, выше T = 19,6 °C – из 15 групп CF₂. При T = 19,6 °C триклиническая упаковка ПТФЭ переходит в менее упорядоченную гексагональную, что сопровождается увеличением объема образца (например, при степени кристалличности 68% – на 0,74%). При T = 30 °C имеет место второй переход кристаллической структуры, изменение объема образца при этом составляет 0,08%. Теплота переходов составляет, соответственно: 4,0 ± 0,5 кДж/кг и 1,2 ± 0,3 кДж/кг.

ПТФЭ при температуре свыше 40 °С имеет очень стабильные теплофизические свойства и, следовательно, может быть использован для выявления возможностей новых методов термического анализа и при исследованиях надежности работы вновь создаваемых ИИС теплофизического контроля.

Условия проведения опытов при испытании изделий из ПТФЭ сведены в табл. 7.9 – 7.11.

		Размерные параметры		Режимные параметры	
Опыт №	Материал изделия	Радиус нагревателя, <i>R</i> _{пл} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> и, мм	Начальная температура опыта, <i>Т</i> _н , °С	Мощность на нагревателе, <i>W</i> , Вт
1	ПТФЭ	4	20	14,0	2,0
2	ПТФЭ	4	20	17,8	1,5
3	ПТФЭ	4	15	12,0	1,1
4	ПТФЭ	4	15	18,4	0,9

7.9. Условия проведения опытов при испытании изделий из ПТФЭ

		Размерные	параметры	Режимные параметры	
№ опыта	Материал изделия	Радиус нагревателя, <i>R</i> _{пл} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> и, мм	Начальная температура опыта, <i>Т</i> _н , °С	Мощность на нагревателе, <i>W</i> , Вт
1	ПТФЭ	4	20	18,0	1,45
2	ПТФЭ	4	20	19,0	1,50
3	ПТФЭ	4	20	19,8	1,45
4	ПТФЭ	4	20	18,5	1,45

7.10. Условия проведения опытов при испытании изделий из ПТФЭ

7.11. Условия проведения опытов при испытании изделий из ПТФЭ

		Размерные	параметры	Режимные параметры		
Опыт №	Материал изделия	Радиус нагревателя, <i>R</i> _{пл} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> и, мм	Начальная температура опыта, <i>Т</i> _н , °С	Мощность на нагревателе, <i>W</i> , Вт	
1	ПТФЭ	4	20	12,0	0,35	
2	ПТФЭ	4	20	12,6	0,50	
3	ПТФЭ	4	20	11,7	0,68	
4	ПТФЭ	4	20	12,1	0,89	
5	ПТФЭ	4	20	12,0	1,13	
6	ПТФЭ	4	20	11,8	1,68	
7	ПТФЭ	4	20	12,4	2,00	

В графическом виде результаты экспериментов, проведенных на изделии из ПТФЭ, представлены на рис. 7.61 – 7.77.

Твердофазное превращение в ПТФЭ зафиксировано при 19,6 °С. Переход проявился ступенькой на кривой $V^* = f(T_s)$. Это хорошо согласуется с результатами ДТА и имитационного моделирования, полученными автором на этом же материале.



Рис. 7.61. Термограммы, полученные в центре нагревателя (*I*) и в точках контроля: r = 7 мм (2), r = 9 мм (3). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{n,n} = 4$ мм; $T_{H} = 14,0$ °C; W = 2,0 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с



Рис. 7.62. Значения скоростей нагрева в точках контроля: r = 7 мм (1), r = 9 мм (2). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{\text{пл}} = 4$ мм; $T_{\text{H}} = 14,0$ °C; W = 2,0 BT; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 81



Рис. 7.63. Термограммы, полученные в центре нагревателя (1) и в точках контроля: r = 7 мм (2), r = 9 мм (3). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; R_{пл} = 4 мм; T_н = 17,8 °C; W = 1,5 Вт; Δτ = 0,2 с



Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{пл} = 4$ мм; $T_{H} = 17,8$ °C; W = 1,5 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 81



Рис. 7.65. Значения скоростей остывания в точках контроля: r = 7 мм (1), r = 9 мм (2). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{\rm пл} = 4$ мм; $T_{\rm H} = 17,8$ °C; W = 1,5 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с; $\tau_{\rm откл} = 9,5$ мин; k = 81



Рис. 7.66. Термограммы, полученные в центре нагревателя (1) и в точках контроля: r = 7 мм (2), r = 9 мм (3). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; R_{пл} = 4 мм; T_н = 12,0 °C; W = 1,1 Вт; Δτ = 0,2 с



Рис. 7.67. Значения скоростей нагрева в центре нагревателя (1) и в точках контроля: r = 7 мм (2), r = 9 мм (3). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{\text{ил}} = 4$ мм; $T_{\text{H}} = 12,0$ °C; W = 1,1 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 81



Рис. 7.68. Термограммы, полученные в центре нагревателя (1) и в точках контроля: r = 7 мм (2), r = 9 мм (3). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{n,n} = 4$ мм; $T_n = 18,4$ °C; W = 0,9 BT; $\Delta \tau = 0,2$ с



Рис. 7.69. Значения скоростей нагрева в точках контроля: r = 7 мм (1), r = 9 мм (2). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{nn} = 4$ мм; $T_{H} = 18,4$ °C; W = 0,9 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 81



Рис. 7.70. Значения скоростей остывания в точках контроля: r = 7 мм (1), r = 9 мм (2). Условия проведения опыта: материал изделия – ПТФЭ; $R_{пл} = 4$ мм; $T_{H} = 18,4$ °C; W = 0,9 Вт; $\Delta \tau = 0,2$ с; $\tau_{откл} = 12,5$ мин; k = 81



Рис. 7.71. Значения скоростей нагрева изделия из ПТФЭ в точках контроля *r* = 7 мм (*a*) и *r* = 9 мм (*б*). Условия проведения опытов представлены в табл. 7.9



Рис. 7.72. Значения скоростей нагрева изделия из ПТФЭ в точках контроля *r* = 7 мм (*a*) и *r* = 9 мм (*б*). Условия проведения опытов представлены в табл. 7.10



Рис. 7.73. Зависимости $V^* = f(T_s)$ изделия из ПТФЭ. Стадия остывания. I - в центре нагревателя; 2 - r = 7 мм; 3 - r = 9 мм. Условия проведения опыта: $R_{пл} = 4$ мм; W = 1,5 Вт; $T_{H} = 18,4$ °C; $\tau_{0TKA} = 10,5$ мин; $\tau_{K} = 30$ мин; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 81



Рис. 7.74. Зависимости $V^* = f(T_s)$ изделия из ПТФЭ. Стадия остывания. I - в центре нагревателя; 2 - r = 7 мм; 3 - r = 9 мм. Условия проведения опыта: $R_{пл} = 4$ мм; W = 1,68 Вт; $T_{µ} = 11,8$ °C; $\tau_{0TКЛ} = 9$ мин; $\tau_{K} = 23$ мин; $\Delta \tau = 0,2$ с; k = 121







Рис. 7.76. Термограммы, полученные на изделии из ПЭНП. 1 - в центре нагревателя; 2 - r = 7 мм; 3 - r = 9 мм. Стадия остывания. Условия проведения опыта: $R_{\text{пл}} = 4$ мм; W = 1,4 Вт; $T_{\text{H}} = 19,5$ °C; $\Delta \tau = 0,25$ с; $\tau_{\text{откл}} = 12,5$ мин; k = 41



Рис. 7.77. Зависимости $V^* = f(\tau)$ (*a*) и $V^* = f(T_s)$ (*б*), полученные по термограмме *1* (рис. 7.77)

Условия проведения опытов при испытании изделий из Ф4К20 сведены в табл. 7.12. В графическом виде результаты экспериментов, проведенных на изделии из Ф4К20, представлены на рис. 7.78.

		Размерные параметры		Режимные параметры		
Опыт №	Материал изделия	Радиус нагревателя, <i>R</i> _{пл} , мм	Толщина изделия <i>Н</i> _и , мм	Начальная температура опыта, <i>Т</i> _н , °С	Мощность на нагревателе, <i>W</i> , Вт	
1	Ф4К20	4	20	12,0	1,15	
2	Ф4К20	4	20	14,1	1,40	
3	Ф4К20	4	20	14,1	1,70	
4	Ф4К20	4	20	12,0	1,70	
5	Ф4К20	4	20	14,1	2,00	
6	Ф4К20	4	20	14,1	2,35	
7	Ф4К20	4	20	14,0	2,70	
Примечания: $R_{nn} = 4$ мм, $\Delta \tau = 0,2$ с, $k = 81$.						

7.12. Условия проведения опытов на изделии из Ф4К20



Рис. 7.78. Значения скоростей нагрева в точках контроля изделия из Ф4К20 r = 7 мм (a), r = 9 мм (δ). Условия проведения опытов 1 - 7 сведены в табл. 7.12

В данной работе также проводились исследования структурных превращений в пенополистироле по третьему методу. На графиках $V^* = f(T_s)$, полученным по трем каналам измерения (в центре ИЗ, на расстояниях r = 7 и 9 мм) выявлен ряд «скачков» и «изломов», соответствующих релаксационным переходам, проявившихся при 70, 100 и 130 °C. Данные переходы можно идентифицировать с β_{nc} , α и α_1 переходами [10]. Данные переходы ответственны за β -релаксацию и стеклование (α и α_1). Переход β_{nc} объясняется вращением группы C₆H₅ и водорода около главной цепи [10]. Переходы α и α_1 соответствуют двум различным стеклообразным состояниям в аморфной фазе полимера [10].

В политермических методах исследования температура выступает не только как термодинамический параметр состояния, но и как кинетический фактор, влияющий на течение свойственных ПМ релаксационных процессов, фазовых переходов и химических превращений. Влияние кинетических факторов можно выявить, проводя опыты с различными скоростями нагревания образца, при этом одна и та же температура достигается при разной длительности процесса. Следует отметить, что реализация постоянной скорости нагрева полимерного тела играет существенную роль при исследованиях релаксационных переходов в ПМ.

На рисунке 7.79, *а* представлены термограммы, полученные на изделии из ПТФЭ в области нагревателя (1), на расстояниях 7 мм (2) и 9 мм (3) от центра ИЗ при следующих условиях: $T_{\rm H} = 16,5$ °C; $R_{\rm Inn} = 4$ мм; $\Delta \tau = 0,25$ с; скорость нагрева локальной области ПМ, расположенной под нагревателем, $V^* \approx 5$ К/мин. На термограммах (7.79, *a*) твердофазные переходы в ПТФЭ явно не проявились.

Зависимости $V^* = f(\tau)$, построенные по термограммам (рис. 7.79, *a*), представлены на рис. 7.79, *б*. На кривых 2 и 3 (рис. 7.79, *б*) после шестой и восьмой минут нагрева проявляются «структурочувствительные»



Рис. 7.79. Термограммы (*a*) и зависимости $V^* = f(\tau)(\delta), V^* = f(T_s)(\delta, z)$. Зависимости $V^* = f(T_s)(\delta, z)$, получены по термограммам, снятым на расстояниях $r_1 = 7$ мм (*b*) и $r_2 = 9$ мм (*c*) от центра нагревателя

свойства в области, в которой возможны твердофазные превращения ПТФЭ, сопровождающиеся тепловыми эффектами. Однако, по данным, представленным на рис. 7.79, δ , трудно определить значение температуры (интервал температуры), при которой происходит структурное превращение. Построение зависимостей $V^* = f(T_s)$ позволяет выявить это более точно по явным ступенькам на графиках.

На рисунке 7.79, *в*, *г* представлены зависимости $V^* = f(T_s)$, полученные на расстояниях $r_2 = 7$ мм (*в*) и $r_3 = 9$ мм (*г*) от центра нагревателя. Скорости нагрева ПТФЭ в области нагревателя: 1) $V^* \approx 9$ К/мин; 2) $V^* \approx 5,9$ К/мин; 3) $V^* \approx 5$ К/мин. 4) $V^* \approx 2,3$ К/мин. Структурный переход в ПТФЭ на всех кривых (1 – 4) проявился ступеньками приблизительно при одной и той же температуре (около 20 °C), что позволило идентифицировать его как твердофазный, а не релаксационный.

Регистрация первой производной по времени от температуры, выражающей скорость (V^*) изменения этой величины на кривых температурных зависимостей от времени, реализуемая согласно *третьему методу*, разработанному автором, позволяет осуществлять НК температур структурных переходов в ПМ без дополнительной калибровки измерительного средства. ИИС и мобильные приборы со сменными измерительными зондами, снабженными: а) круглым плоским нагревателем постоянной мощности; б) круглым плоским нагревателем, обеспечивающим программным путем постоянную скорость нагрева, позволили обнаружить различия в значениях «структурочувствительных» свойств (в областях, где возможны структурные превращения, сопровождающиеся тепловыми эффектами) в узких температурно-временных областях.

7.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАКОНА ДВИЖЕНИЯ ГРАНИЦЫ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА. ПРИМЕР РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДА

С целью разработки метода неразрушающего определения закона движения границы фазового перехода в главе 3 была рассмотрена задача о распространении тепла в сферическом пространстве.

В данном разделе авторы приводят пример реализации разработанного метода.

На рисунке 7.80 представлены экспериментальные термограммы, снятые на изделии из ПТФЭ в центре нагревателя (1) и на расстояниях 7, 8, 9 мм от центра (2, 3, 4). Условия проведения опыта: $T_{\rm H} = 12$ °C; $\Delta \tau = 0.2$ с; $R_{\rm HII} = 4$ мм; W = 1.13 Вт.

По уравнению (3.127) с учетом значений ТФС, геометрических и режимных параметров опыта, полученных значений τ_i для термограмм 1-3 (рис. 7.80) найдены законы движения границ $\zeta_{\Pi} = f(Fo_{\Pi})$ первого

 $(T_{n1} = 19,6 \ ^{\circ}\text{C}, \ \Theta_{n1} = 0,0425)$ и второго $(T_{n2} = 30 \ ^{\circ}\text{C}, \ \Theta_{n2} = 0,1005)$ переходов в ПТФЭ:

$$\zeta_{\pi 1} (\mathrm{Fo}_{\pi}) = \frac{\mathrm{Fo}_{\pi}^{\kappa} + m}{\Theta_{\pi} \mathrm{Fo}_{\pi}^{\kappa} + m} = \frac{\mathrm{Fo}_{\pi}^{0,6821} + 0.5988}{0.0425 \cdot \mathrm{Fo}_{\pi}^{0,6821} + 0.5988},$$
(7.1)

$$\zeta_{\pi 2} (\mathrm{Fo}_{\pi}) = \frac{\mathrm{Fo}_{\pi}^{\kappa} + m}{\Theta_{\pi} \mathrm{Fo}_{\pi}^{\kappa} + m} = \frac{\mathrm{Fo}_{\pi}^{1,078} + 1,725}{0,1005 \cdot \mathrm{Fo}_{\pi}^{1,078} + 1,725} \,.$$
(7.2)

На рисунке 7.82 представлены графики зависимостей (7.1) и (7.2), на которых точками показаны значения Fo, соответствующие экспериментальным значениям τ , полученным по термограмме 4 (рис. 7.81) для координаты r = 9 мм.



Рис. 7.80. Термограммы, полученные на изделии из ПТФЭ: l - в центре нагревателя; 2, 3, 4 – на расстояниях r = 7, 8 и 9 мм. Условия проведения опыта: $T_{\rm H} = 12$ °C; $\Delta \tau = 0.2$ с; $R_{\rm HII} = 4$ мм; W = 1,13 Вт

7.13. Значения коэффициентов *m* и *к* функции (3.127) и статистические оценки результатов регрессионного анализа

T_{π}	Θ_{π}	т	к	SSE	$R_{\rm A}^{2}$	σ
19,6	0,0425	0,5988	0,6821	0,00076	0,999	0,01949
30,0	0,1005	1,7250	1,0780	0,00093	0,999	0,02158



Рис. 7.81. Термограммы (рис. 7.80) в безразмерном представлении



Таким образом, предложенная математическая модель позволяет реализовать на практике метод неразрушающего определения закона движения границы фазового перехода в ПМ.

7.6. МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТЕЙ И ИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРИ НЕРАЗРУШАЮЩЕМ КОНТРОЛЕ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ

Обеспечение высокой точности теплофизических измерений, которые проводятся информационно-измерительной системой, и ее оценка является важной задачей. Оценить погрешность и характеристики погрешностей результатов измерений можно с помощью метрологического эксперимента [241 – 244]. Для осуществления метрологического эксперимента проведены теплофизические измерения на образцах из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

При проведении метрологического эксперимента определены погрешность конкретных результатов измерения температуры структурного перехода на материале ПТФЭ при 30 °С. Наиболее употребляемыми характеристиками погрешности являются: математическое ожидание (систематическая погрешность), корень квадратный из дисперсии (средняя квадратическая погрешность), доверительный интервал и доверительная вероятность [244].

Математическое ожидание погрешности позволяет не только получить информацию о постоянной составляющей погрешности, но и создает предпосылки для ее коррекции.

Математическое ожидание абсолютной погрешности определения температуры структурного перехода определяется следующим образом:

$$M\left[\Delta T_{j}^{*}\right] = \lim_{m \to \infty} \frac{1}{m} \sum_{j=1}^{m} \Delta T_{j}^{*} , \qquad (7.3)$$

где *т* – число измерительных экспериментов.

Средняя квадратическая погрешность абсолютной погрешности определения температуры структурного перехода рассчитывается по формуле

$$\sigma\left[\Delta T_{j}^{*}\right] = \left[\lim_{m \to \infty} \frac{1}{m} \sum_{j=1}^{m} \left(\Delta T_{j}^{*} - M\left[\Delta T_{j}^{*}\right]\right)^{2}\right]^{\frac{1}{2}}.$$
(7.4)

Определение этой характеристики случайной погрешности позволяет составить представление об интенсивности случайной погрешности и соотнести полученную информацию с предъявляемыми требованиями. Устанавливая связь средней квадратической погрешности с параметрами блоков измерительной цепи ИИС, определяются необходимые значения этих параметров, удовлетворяющие соответствующим предъявляемым требованиям. Характеристики относительной погрешности определения температуры структурного перехода рассчитываются по следующим формулам:

$$M^{*} \Big[\delta T_{j}^{*} \Big] = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^{m} \delta T_{j}^{*} ; \qquad (7.5)$$

$$\sigma^{*} \left[\delta T_{j}^{*} \right] = \left[\frac{1}{m-1} \sum_{j=1}^{m} \left(\delta T_{j}^{*} - M^{*} \left[\delta T_{j}^{*} \right] \right)^{2} \right]^{\frac{1}{2}}.$$
 (7.6)

Предельные абсолютные и относительные погрешности определения температуры структурного перехода рассчитываются следующим образом:

$$\Delta_{\text{пред}} T_j^* = M \Big[\Delta T_j^* \Big] + t_{\alpha, m-1} \sigma \Big[\Delta T_j^* \Big];$$
(7.7)

$$\delta_{\text{пред}} T_j^* = \frac{\Delta_{\text{пред}} T_j^*}{T_{\text{п}}}, \qquad (7.8)$$

где $t_{\alpha,m-1}$ – коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $\alpha = 0.95$ и количестве измерений m - 1.

Результаты теплофизического эксперимента, реализующего метод определения температуры структурного превращения в полимере, приведены в табл. 7.14.

№	$T_{\pi_i}^{*}$	№	${T_{\pi_i}}^*$	№	$T_{\pi_i}^{*}$	№	$T_{\Pi i}^{\ *}$
1	30,0	11	30,3	21	30,1	31	30,0
2	30,1	12	30,0	22	30,3	32	29,6
3	29,9	13	29,8	23	30,3	33	30,3
4	29,5	14	30,3	24	30,0	34	30,2
5	29,8	15	30,1	25	29,8	35	29,7
6	30,1	16	29,9	26	29,7	36	29,8
7	30,1	17	29,8	27	29,7	37	29,7
8	29,9	18	29,6	28	30,4	38	29,9
9	29,7	19	29,8	29	30,2	39	30,2
10	29,8	20	29,7	30	30,3	40	30,5

7.14. Результаты эксперимента на ПТФЭ

Погрешности и характеристики погрешностей измерений	Образец ПТФЭ
$M\Big[\Delta T_j^*\Big]$	0,22
$\sigma\big[\Delta T_j^*\big]$	0,15
$M^* \Big[\delta T_j^* \Big]$	0,74
$\sigma^* \left[\delta T_j^* \right]$	0,5
$\Delta_{ ext{npeg}} T_j^*$	0,5
$\delta_{ ext{nped}}T_{j}^{*}$	1,7

7.15. Результаты метрологической обработки эксперимента

Теплофизические измерения, результаты которых отображены в табл. 7.14, проведены при следующих условиях: радиус нагревателя $R_{nn} = 4 \cdot 10^{-3}$ м; мощность на нагревателе W = 0,64 Вт; временной шаг измерения температуры $\Delta \tau = 0.5$ с; материал подложки ИЗ – рипор; толщина подложки – $20 \cdot 10^{-3}$ м; толщина исследуемого материала из ПТФЭ – $15 \cdot 10^{-3}$ м. Начальная температура опыта $T_{\rm H} = 20$ °C.

Результаты обработки эксперимента на образце из ПТФЭ представлены в табл. 7.15.

В качестве характеристики погрешности канала измерения температуры использована среднеквадратическая погрешность δ_T , расчет которой для ИИС с МПУ Zila-1000 представлен далее.

Инструментальная погрешность измерения температуры. В качестве характеристики погрешности канала измерения температуры используем среднеквадратичную погрешность δ_T , которую запишем следующим образом [301, 310, 324]:

$$\delta_T = \sqrt{\delta_{\text{TII}}^2 + \delta_{\text{HT}}^2 + \delta_{k_y}^2 + \delta_0^2 + \delta_{\text{ALIII}}^2 + \delta_{\text{okp}}^2} ,$$

где $\delta_{\rm TH}$ – относительная погрешность, вызванная отличием реальной статической характеристики термоэлектрического преобразователя от номинальной, кроме того, эта составляющая погрешности включает в себя погрешность аппроксимации при реализации градуировочной характеристики на программной основе; $\delta_{\rm HT}$ – относительная погреш-

ность измерения начальной температуры среды; δ_{k_y} – относительная погрешность коэффициента усиления усилителя; δ_0 – относительная погрешность смещения нуля усилителя; δ_{AIIII} – относительная погрешность аналого-цифрового преобразователя; δ_{okp} – относительная погрешность округления цифровых данных.

Основным источником погрешности $\delta_{\rm TT}$, непосредственно связанной с термоэлектрическим преобразователем, является термоэлектрическая неоднородность по длине термоэлектрода. В качестве термоэлектрического преобразователя используется термопара типа XK(L). В диапазоне избыточных температур 0...60 °C градуировочная характеристика для термопар этого типа с высокой точностью аппроксимируется линейной зависимостью:

$$T = k_{\mu} U$$

где *U* – напряжение, мВ; *k*_{*u*} – коэффициент перевода.

Проведенный анализ показал, что для данного диапазона температуры $\delta_{\tau \pi} = 0,3\%$.

Для контроля температуры окружающей среды, при которой проводился эксперимент, применялся электронно-цифровой измеритель температуры A565-023-01 (диапазон измеряемых температур 0...800 °C; разрешающая способность – 0,1 К; класс точности – 0,15/0,05). Относительная погрешность измерения при комнатной температуре $\delta_{\rm HT} = 1\%$. Кроме того, эта погрешность включает в себя изменение температуры окружающей среды в процессе эксперимента.

Статические погрешности при работе усилителя имеют две составляющие. Первая – проявляется в неточности коэффициента передачи. Вторая – проявляется в появлении на выходе усилителя паразитного напряжения при нулевом сигнале на всех входах.

Погрешность коэффициента усиления k_y усилителя находится из анализа его принципиальной электрической схемы. Многоканальный усилитель, используемый в измерительном устройстве, реализован на базе операционного усилителя (ОУ) К1401УД2, включенного по инвертирующей схеме.

В этом случае коэффициент усиления k_y будет определяться отношением номиналов резистора обратной связи \hat{R}_2 и входного резистора \hat{R}_1 :

$$k_{\rm y} = \frac{U_{\rm BMX}}{U_{\rm BX}} = \frac{\hat{R}_2}{\hat{R}_1}.$$

Для канала усиления сигнала центральной термопары – $k_y \approx 310$, для других каналов усиления – $k_y \approx 790$. Эти значения выбраны таким образом, чтобы выходной сигнал усилителя при максимально возможной температуре нагрева не превышал предельного входного сигнала АЦП МПУ.

Относительная погрешность коэффициента усиления $\delta_{k_y} = \sqrt{\delta_{\hat{R}_1}^2 + \delta_{\hat{R}_2}^2}$, где $\delta_{\hat{R}_1}$ и $\delta_{\hat{R}_2}$ – относительные погрешности номиналов резисторов \hat{R}_1 и \hat{R}_2 . Величины \hat{R}_1 и \hat{R}_2 при комнатной температуре имеют погрешность $\delta_{\hat{R}_1} = \delta_{\hat{R}_2} = 0.5\%$. Исходя из этого, оценка погрешности коэффициента усиления равна $\delta_{k_y} = 0.7\%$.

Погрешность от смещения нуля усилителя нами определялась экспериментально. Анализ результатов эксперимента показал, что при комнатной температуре $\delta_0 = 0.9\%$.

Абсолютная погрешность АЦП определяется по формуле $\Delta_{AIIII} = \frac{U_{\text{max}}}{2^{n_a+1}}$, где U_{max} – максимальное значение регистрируемого АЦП напряжения, n_a – разрядность АЦП. В нашем случае $U_{\text{max}} = 5$ В, $n_a = 12$, следовательно, $\Delta_{AIIII} = \frac{5}{2^{12+1}} \approx 0,0006$ (В).

Относительную погрешность $\delta_{AU\Pi}$ оценим, исходя из следующих положений. Проведенный анализ показал, что исследуемый диапазон избыточной температуры соответствует T = 15...60 °C (например, для ИЗ с подложкой из рипора).

$$U_a \approx 15 \cdot 0,068 \cdot 310 = 316 \text{ (MB)},$$

где U_a – минимальное значение регистрируемого АЦП напряжения; 0,068 $\left(\frac{\text{MB}}{\text{K}}\right)$ – коэффициент приближенной линейной аппроксимации градуировочной характеристики термопары хромель–копель. Определим относительную погрешность аналого-цифрового преобразования сигнала с полученным уровнем 316 мВ:

$$\delta_{AIIII} = \frac{\Delta_{AIIII}}{U_a} 100 = \frac{0.6}{316} 100 \approx 0.2\%$$
.

Относительная погрешность округления $\delta_{\text{окр}}$ определяется точностью представления в микропроцессорном устройстве цифровых данных. В ИВУ Zila-1000 интерпретатором Zila-Basic используются 32-битные переменные для обработки чисел с плавающей запятой, что обеспечивает точность в 7–8 значащих цифр. Поэтому можно положить $\delta_{\text{окр}} \approx 0$.

В результате получим среднеквадратичную погрешность одного канала измерения температуры для разработанной ИИС с МПУ:

$$\delta_T = \sqrt{0,3^2 + 1 + 0,7^2 + 0,9^2 + 0,2^2 + 0} = 1,56\%$$

Методическая погрешность состоит в том, что $T_{\rm n}$, определяемая как *j* значение температуры T_{s_j} из *k* измерений, находится в промежутке от начальной до конечной температуры *j*-го диапазона $\left(T_{s_j} = \sum_{j=i-(k-1)/2}^{i+(k-1)/2}\right)$. Абсолютная погрешность измерения $T_{\rm n}$ зависит от

скорости изменения температуры V, временного шага измерения температуры $\Delta \tau$ и количества измерений температуры k в интервале.

$$\Delta_{T_{\rm ff}} = \frac{V \cdot \Delta \tau \cdot k}{2}$$

Максимальная скорость изменения температуры, при которой с большой вероятностью еще можно зафиксировать твердофазный переход, равна 20 °С/мин.

Относительную методическую погрешность определим при следующих режимных параметрах: V = 20 °C/мин; $\Delta \tau = 0.5$ с; k = 5; $T_{\rm n} = 30$ °C.

$$\delta_{T_{\text{II}}} = \frac{\Delta_{T_{\text{II}}}}{T_{\text{II}}} = \frac{20 \cdot 0.5 \cdot 5}{60 \cdot 30 \cdot 2} \cdot 100\% = 1.4\%.$$

Учитывая, что максимальная скорость изменения температуры, при которой с большой вероятностью еще можно зафиксировать твердофазный переход, равна 20 °С/мин, получены значения $\delta T_{\rm n} = 1.4\%$.

Погрешность определения *Т*^п можно снизить:

– во-первых, за счет уменьшения интервала $\Delta \tau$ между измерениями температуры T;

280

– во-вторых, за счет уменьшения скорости изменения температуры на рабочем участке термограммы. Оптимальная скорость изменения температуры при регистрации структурных переходов в полимерных материалах – 1...5 °С/мин. Стандартная величина V = 2 °С/мин;

– в-третьих, относительная погрешность определения $T_{\rm n}$ зависит от значения $T_{\rm n}$.

Рассчитанные значения погрешностей соответствуют предельному случаю, характеризующемуся максимальной ошибкой измерения (см. табл. 7.15).

Таким образом, действительные метрологические характеристики ИИС, полученные нами экспериментально, соответствуют требованиям, предъявляемым к НК структурных превращений в ПМ.

Нормированные метрологические характеристики, которые устанавливаются нормативными документами [260], целесообразно вводить для ИИС после рассмотрения вопросов оптимизации процесса измерения. Результаты оптимизации позволят определить оптимальные конструктивные и режимные параметры измерения при реализации разработанных методов и ИИС. Следует разработать и внедрить также подсистему тестирования модулей ИИС, что позволит контролировать метрологические характеристики в процессе эксплуатации системы.

Выводы

1. Экспериментально доказана работоспособность разработанных авторами неразрушающих тепловых методов контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

2. Разработанные многомодельные методы неразрушающего теплового контроля позволяют существенно повысить оперативность, надежность и точность определения температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах за счет использования рабочих участков нескольких термограмм, зафиксированных при нагреве и остывании объектов контроля.

 Показана возможность не только регистрировать, но и различать твердофазные полиморфные и релаксационные переходы в ПМ при одной реализации эксперимента.

4. Реализован метод НК структурных переходов, основанный на регистрации первой производной по времени от температуры в не-

скольких точках контроля исследуемого полимерного тела при нагреве и остывании. Регистрация первой производной по времени от температуры, выражающей скорость изменения этой величины на кривой температурной зависимости, реализована ИИС с измерительными зондами, снабженными:

а) круглым плоским нагревателем постоянной мощности;

б) круглым плоским нагревателем, реализующим программным путем постоянную скорость нагрева в локальной области исследуемого изделия.

5. Реализован на практике тепловой метод неразрушающего определения законов движения границ фазовых переходов в полимерных материалах.

6. Проведена метрологическая оценка погрешностей и их характеристик при НК структурных превращений в ПМ.

Общим результатом работы является научно обоснованное решение проблемы создания многомодельных методов и средств НК температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

При решении данной проблемы получены следующие результаты.

1. Предложены основы многомодельного подхода к разработке методов и средств НК структурных переходов в ПМ на множестве состояний функционирования системы.

2. Впервые предложена расчетная модель, теоретически исследован и реализован на практике тепловой метод неразрушающего определения законов движения границ фазовых переходов в полимерных материалах.

 Разработаны математические модели распространения тепла в объектах контроля от действия бесконечного плоского и поверхностного сферического постоянной мощности источников тепла. Получены решения соответствующих краевых задач, пригодные для реализации в методах НК структурных превращений в ПМ.

4. Впервые созданы и исследованы новые *многомодельные методы НК структурных превращений* в ПМ, обеспечивающие оперативность, надежность и достаточную точность за счет использования рабочих участков нескольких термограмм, зафиксированных при нагреве и остывании объектов контроля. Реализован самоконтроль работы ИИС НК температурно-временных характеристик структурных превращений в ПМ при каждой реализации эксперимента.

5. Разработаны и исследованы *два* новых способа НК структурных превращений в ПМ, защищенные патентами на изобретения Российской Федерации и свидетельствами об официальной регистрации программ. *Первый* – по аномальным изменениям ТФС в областях структурных переходов при нагреве и остывании изделий из ПМ с предварительной градуировкой ИИС по образцовым мерам. *Второй* – по ряду параметров математических моделей, адекватно описывающих рабочие участки экспериментальных термограмм, и по величинам дисперсии этих параметров без дополнительных градуировочных экспериментов. Способ, основанный на регистрации первой производной по времени от основной величины – температуры в нескольких точках контроля исследуемого полимерного тела в динамических термических режимах при нагреве и остывании, может быть реализован одновременно с двумя вышеупомянутыми.

6. Выполнена оценка адекватности разработанных математических моделей реальным тепловым процессам.

7. Разработаны математическое, алгоритмическое, программное и техническое обеспечения ИИС и мобильных приборов, реализующих многомодельные методы НК температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах и композиционных материалах на их основе.

1. Неразрушающий контроль и диагностика : справочник / В.В. Клюев, Ф.Р. Соснин, А.В. Ковалев и др. ; под ред. В.В. Клюева. – 3-е изд., испр. и доп. – М. : Машиностроение, 2005. – 656 с.

2. Энциклопедия полимеров. В 3-х т. / ред. коллегия: В.А. Каргин и др. – М. : Сов. энциклопедия, 1972. – Т. 1. – 1195 с.; Энциклопедия полимеров. В 3-х т. / ред. коллегия: В.А. Кабанов и др. – М. : Сов. энциклопедия, 1974. – Т. 2. – 1032 с.; Энциклопедия полимеров. В 3-х т. / ред. коллегия: В.А. Кабанов и др. – М. : Сов. энциклопедия, 1977. – Т. 3. – 1150 с.

3. Справочник по пластическим массам. В 2-х т. / под ред. В.М. Катаева и др. – М. : Химия, 1975. – Т. 1. – 447 с.; Справочник по пластическим массам [В 2-х т.] / под ред. В.М. Катаева и др. – М. : Химия, 1975. – Т. 2. – 567 с.

4. Кацнельсон, М.Ю. Полимерные материалы : справочник / М.Ю. Кацнельсон, Г.А. Балаев. – Л. : Химия, 1982. – 317 с.

5. Вундерлих, Б. Физика макромолекул. В 3 т. / Б. Вундерлих ; пер. с англ. Ю.К. Годовского. – М.: Мир, 1984. – Т. 1. – 623 с.; Вундерлих Б. Физика макромолекул / Б. Вундерлих ; пер. с англ. Ю.К. Годовского. – М.: Мир, 1984. – Т. 2. – 574 с. ; Вундерлих Б. Физика макромолекул / Б. Вундерлих ; пер. с англ. Ю.К. Годовского. – М.: Мир, 1984. – Т. 3. – 484 с.

6. Композиционные материалы : справочник / под ред. В.В. Васильева и Ю.М. Тарнопольского. – М. : Машиностроение, 1990. – 510 с.

7. Бартенев, Г.М. Физика и механика полимеров / Г.М. Бартенев, Ю.В. Зеленев. – М. : Высшая школа, 1983. – 391 с.

8. Берлин, А.А. Принципы создания композиционных полимерных материалов / А.А. Берлин, С.А. Вольфсон, В.Г. Ошмян, Н.С. Ениколопов. – М. : Химия, 1990. – 238 с.

9. Бартенев, Г.М. Физика полимеров / Г.М. Бартенев, С.Я. Френкель. – Л. : Химия, 1990. – 429 с.

10. Бартенев, Г.М. Релаксационные свойства полимеров / Г.М. Бартенев, А.Г. Бартенева. – М. : Химия, 1992. – 384 с.

11. Аскадский, А.А. Химическое строение и физические свойства полимеров / А.А. Аскадский, Ю.И. Матвеев. – М. : Химия, 1983. – 248 с.

12. Кулезнев, В.Н. Химия и физика полимеров / В.Н. Кулезнев, В.А. Шершнев. – М. : Высшая школа, 1988. – 312 с.

13. Иржак, В.И. Сетчатые полимеры / В.И. Иржак, Б.А. Розенберг, Н.С. Ениколопян. – М. : Наука, 1979. – 180 с.

14. Потапов, А.И. Контроль качества и прогнозирование надежности конструкций из композиционных материалов / А.И. Потапов. – М. : Машиностроение, 1980. – 260 с.

15. Карташов, Э.М. Структурно-статистическая кинетика разрушения полимеров / Э.М. Карташов, Б. Цой, В.В. Шевелев. – М. : Химия, 2002. – 736 с.

16. Андреева, А.В. Основы физико-химии и технологии композитов / А.В. Андреева. – М. : Изд-во журнала «Радиотехника» ИПРЖР, 2001. – 301 с.

17. Гуль, В.Е. Структура и механические свойства полимеров / В.Е. Гуль, В.Н. Кулезнев. – М. : Высшая школа, 1979. – 352 с.

18. Ван Кревелен, Д.В. Свойства и химическое строение полимеров / Д.В. Ван Кревелен ; пер. с англ., под ред. А.Я. Малкина. – М. : Химия, 1976. – 416 с.

19. Привалко, В.П. Молекулярное строение и свойства полимеров / В.П. Привалко. – Л. : Химия, 1986. – 240 с.

20. Трилор, Л. Введение в науку о полимерах / Л. Трилор ; пер. с англ. – М. : Мир, 1973. – 238 с.

21. Шур, А.М. Высокомолекулярные соединения / А.М. Шур. – М.: Высшая школа, 1981. – 656 с.

22. Барамбойм, Н.К. Механохимия высокомолекулярных соединений / Н.К. Барамбойм. – М. : Химия, 1978. – 384 с.

Мэттьюз, Ф. Композиционные материалы. Механика и технология / Ф. Мэттьюз, Р. Ролингс. – М. : Техносфера, 2004. – 407 с.

24. Перепечко, И.И. Введение в физику полимеров / И.И. Перепечко. – М. : Химия, 1978. – 312 с.

25. Уорден, К. Новые интеллектуальные материалы и конструкции / К. Уорден. – М. : Техносфера, 2006. – 223 с.

26. Шутилин, Ю.Ф. Температурные переходы в каучуках / Ю.Ф. Шутилин // Каучук и резина. – 1988. – № 7. – С. 35 – 39.

27. Шутилин, Ю.Ф. О термодинамическом описании сегментального движения в полимерах и их смесях / Ю.Ф. Шутилин // Журнал физической химии. – 1989. – Т. 63, № 1. – С. 44 – 50.

28. Браут, Р. Фазовые переходы / Р. Браут ; пер. с англ. – М. : Мир, 1967. – 288 с.

29. Берштейн, В.А. Общий механизм β-перехода в полимерах / В.А. Берштейн, В.М. Егоров // Высокомолекулярные соединения. – 1985. – Т. 27, № 11. – С. 2440 – 2449.

30. Берштейн, В.А. Взаимосвязь основных релаксационных переходов в полимерах. Величина сегмента, характер и степень кооперативности молекулярного движения вблизи температуры стеклования / В.А. Берштейн, В.М. Егоров, Ю.А. Емельянов // Высокомолекулярные соединения. – 1985. – Т. 27, № 11. – С. 2451 – 2457.

31. Ягфаров, М.Ш. О природе вторичной кристаллизации в полимерах / М.Ш. Ягфаров // Высокомолекулярные соединения. – 1988. – Т. 30, № 1. – С. 79 – 85.

32. Макаров, Г.В. Промышленные термопласты / Г.В. Макаров, В.Б. Коптенармусов. – М. : Химия, 2003. – 208 с.

33. Нильсен, Л. Механические свойства полимеров и полимерных композиций / Л. Нильсен, Е. Лоуренс ; пер с англ. – М. : Химия, 1978. – 310 с. 34. Марихин, В.А. Надмолекулярная структура полимеров / В.А. Марихин, Л.П. Мясникова ; под ред. С.Я. Френкеля. – Л. : Химия, 1977. – 240 с.

35. Стенли, Г. Фазовые переходы и критические явления / Г. Стенли ; пер. с англ. – М. : Мир, 1973. – 419 с.

36. Бойер, Р.Ф. Переходы и релаксационные явления в полимерах / Р.Ф. Бойер ; пер. с англ. – М. : Мир, 1968. – 384 с.

37. Вайнштейн, Б.К. Дифракция рентгеновских лучей на цепных молекулах / Б.К. Вайнштейн. – М. : АН СССР, 1963. – 372 с.

 Шаталов, Ю.С. Интегральные представления постоянных коэффициентов теплопереноса / Ю.С. Шаталов. – Уфа : Уфимский авиац. ин-т, 1992.– 82 с.

39. Уэндландт, У. Термические методы анализа / У. Уэндландт ; пер с англ.. – М. : Мир, 1978. – 526 с.

40. Тейтельбаум, Б.Я. Термомеханический анализ полимеров / Б.Я. Тейтельбаум. – М. : Наука, 1979. – 234 с.

41. Берштейн, В.А. Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров / В.А. Берштейн, В.М. Егоров. – Л. : Химия, 1990. – 255 с.

42. Кальве, Э. Микрокалориметрия / Э. Кальве, А. Пратт ; пер. с фр. – М. : Издатинлит, 1963. – 477 с.

43. Хеммингер, В. Калориметрия. Теория и практика / В. Хеммингер, Г. Хене ; пер с англ. – М. : Химия, 1990. – 176 с.

44. Михайлин, Ю.А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы / Ю.А. Михайлин. – СПб. : Профессия, 2006. – 624 с.

45. Платунов, Е.С. Теплофизические измерения в монотонном режиме / Е.С. Платунов. – Л. : Энергия, 1973. – 144 с.

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

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

48. Платунов, Е.С. Теплофизические измерения : учеб. пособие для вузов / Е.С. Платунов, И.В. Баранов, С.Е. Буравой, В.В. Курепин ; под общ. ред. Е.С. Платунова. – СПб. : СПбГУНиПТ, 2010. – 738 с.

49. Кондратьев, Г.М. Регулярный тепловой режим / Г.М. Кондратьев. – М. : Гостехиздат, 1954. – 408 с.

50. Кондратьев, Г.М. Тепловые измерения / Г.М. Кондратьев. – М.-Л. : Машгиз, 1956. – 253 с.

51. Прикладная физика: Теплообмен в приборостроении / Г.М. Кондратьев, Г.Н. Дульнев, Е.С. Платунов, Н.А. Ярышев. – СПб. : СПб ГУ ИТМО, 2003. – 560 с.

52. Лыков, А.В. Теория тепло- и массопереноса / А.В. Лыков, Ю.А. Михайлов. – М. : Госэнергоиздат, 1963. – 535 с. 53. Лыков, А.В. Теория теплопроводности / А.В. Лыков. – М. : Высшая школа, 1967. – 599 с.

54. Лифшиц, Е.М. Физическая кинетика / Е.М. Лифшиц, Л.П. Питаевский. – М. : Наука, 1979. – 420 с.

55. Зубарев, Д.Н. Неравновесная статистическая термодинамика / Д.Н. Зубарев. – М. : Наука, 1971. – 350 с.

56. Платэ, Н.А. Гребнеобразные полимеры и жидкие кристаллы / Н.А. Платэ, В.П. Шибаев. – М. : Химия, 1980. – 304 с.

57. Тюдзе, Р. Физическая химия полимеров / Р. Тюдзе, Т. Караваи ; пер. с японск. – М. : Химия, 1977. – 296 с.

58. Тагер, А.А. Физикохимия полимеров / А.А. Тагер. – М.: Химия, 1978. – 544 с.

59. Тагер, А.А. Метастабильные полимерные системы / А.А. Тагер // Высокомолекулярные соединения. – 1988. – Т. 30, № 7. – С. 1347 – 1356.

60. Кобеко, П.П. Аморфные вещества / П.П. Кобеко. – Л.: Изд-во АН СССР, 1952. – 432 с.

61. Годовский, Ю.К. Успехи химии и физики полимеров / Ю.К. Годовский. – М. : Химия, 1970. – С. 173 – 205.

62. Уорд, И. Механические свойства твердых полимеров / И. Уорд. – М. : Химия, 1975. – 350 с.

63. Жидкокристаллический порядок в полимерах / под ред. А. Блюмштейна ; пер. с англ. – М. : Мир, 1981. – 352 с.

64. Блинов, Л.М. Жидкокристаллическое состояние вещества / Л.М. Блинов, С.А. Пикин. – М. : Знание, 1986. – 64 с.

65. Армированные пластики / В.А. Бунаков, Г.С. Головкин, Г.П. Машинская и др. ; под ред. Г.С. Головкина, В.И. Семенова. – М. : Изд-во МАИ, 1997. – 404 с.

66. Hosemann, R. Analysis of Diffraction by Matter / R. Hosemann, S.N. Bagchi // Amsterdam : N. – Holland Publ. Comp, 1962. – 460 p.

68. Pakula T., Pluta M., Kryszewski M. // Polymery. 1978. – V. 23, № 8 – 9. – P. 286 – 292.

69. Перепечко, И.И. Акустические методы исследования полимеров / И.И. Перепечко. – М. : Химия, 1973. – 296 с.

70. Перепечко, И.И. Свойства полимеров при низких температурах / И.И. Перепечко. – М. : Химия, 1977. – 271 с.

71. Шиммель, Г. Методика электронной микроскопии / Г. Шиммель. – М. : Мир, 1972. – 294 с.

72. Жданов, Г.С. Дифракционный и резонансный структурный анализ / Г.С. Жданов, А.С. Илюшин, С.В. Никитина. – М. : Наука, 1980. – 256 с.

73. Information-Measurement System of Nondestructive Control Termophysical Properties and Structural Conversion in Polymer Materials / N.F. Mainiko-
va, S.V. Mischenko, N.P. Zhukov // Abstracts V-th international conference «Problems of industrial heat engineering». – Kyiv, Ukraine, 2007. – P. 317 – 318.

74. Головкин, Г.С. Научные основы производства изделий из термопластичных композиционных материалов / Г.С. Головкин, В.П. Дмитренко. – М. : РУСАКИ, 2005. – 144 с.

75. Мэзон, У. Свойства полимеров и нелинейная акустика. Физическая акустика / У. Мэзон ; пер. с англ. – М. : Мир, 1969. – 420 с.

76. Электрические свойства полимеров / под ред. Б.И. Сажина. – Л. : Химия, 1977. – 192 с.

77. Головкин, Г.С. Научные основы производства изделий из термопластичных композиционных изделий / Г.С. Головкин, В.П. Дмитренко. – М. : РУСАКИ, 2005. – 472 с.

78. Физический энциклопедический словарь. Ядерный магнитный резонанс. – М. : СЭ, 1983. – С. 918 – 920.

79. Слоним, И.Я. Ядерный магнитный резонанс в полимерах / И.Я. Слоним, А.Н. Любимов. – М. : Химия, 1966. – 340 с.

80. Моделирование теплопереноса в полимерном материале при фазовом переходе / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин, А.В. Сучков // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2008. – Т. 14, № 3. – С. 490 – 494.

81. Котельников, Г.В. Микрокалориметр ДСМ-2М при исследовании полимеров / Г.В. Котельников, А.В. Сидорович // Высокомолекулярные соединения. – 1983. – Т. XXV, № 12. – С. 2622 – 2626.

82. Имитационное исследование процесса теплопереноса в методе неразрушающего контроля структурных переходов в полимерах / А.А. Балашов, Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, Д.Г. Бородавкин // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2008. – Т. 14, № 2. – С. 315 – 320.

83. Моделирование теплопереноса в полуограниченном теле от линейного источника тепла / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, О.Н. Попов // Вопросы современной науки и практики. Университет им. В.И. Вернадского. Сер. Технические науки. – 2009. – № 10(24). – С. 120 – 125.

84. Определение закона движения границы раздела фаз в полимере / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, С.С. Никулин // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2009. – Т. 15, № 1. – С. 120.

85. Котельников, Г.В. Разработка в институте биологического приборостроения РАН калориметрических методов, титрационных и сканирующих калориметров для изучения биохимических реакций и фазово-агрегатного состояния веществ / Г.В. Котельников, С. П. Моисеева // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. VIII Междунар. конф. – М., 2005. – С. 61 – 66.

86. Grebowicz J., Aycock W., Wunderlich B. // Polimer. – 1986. – V. 27, No 4. – P. 575 – 582.

87. Tashiro K., Takano K., Kobayashi M. et al. // Ibid. – 1983. – V. 24, № 2. – P. 199 – 204.

88. Годовский, Ю.К. Теплофизические методы исследования полимеров / Ю.К. Годовский. – М. : Химия, 1976. – 216 с.

89. Васильев, Л.Л. Теплофизические свойства плохих проводников тепла / Л.Л. Васильев, Ю.Е. Фрайман. – Минск : Наука и техника, 1967. – 175 с.

90. Истомин, Н.П. Антифрикционные свойства композиционных материалов на основе фторполимеров / Н.П. Истомин, А.П. Семенов. – М. : Наука, 1981. – 146 с.

91. Жуков, Н.П. Теоретическое обоснование теплового метода неразрушающего контроля двухслойных изделий // Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, Н.В. Лунева // Вопросы современной науки и практики. Университет им. В.И. Вернадского. Сер. Технические науки. – 2009. – № 9(23). – С. 93 – 99.

92. Жуков, Н.П. Математическая модель теплопереноса в системе двух тел / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, Н.В. Лунева // Математические методы в технике и технологиях. ММТТ-22 : сб. тр. XXII Междунар. науч. конф. – Псков, 2009. – Т. 9. – С. 102 – 103.

93. Теплофизические измерения : справочное пособие / В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, Е.Н. Зотов, А.С. Лабовская, С.В. Мищенко, А.К. Паньков, С.В. Пономарев, Н.П. Пучков, В.Г. Серегина, А.А. Чуриков. – Тамбов : Изд-во Всесоюзного научно-исследовательского института резинотехнического машиностроения, 1975. – 256 с.

94. Автоматические устройства для определения теплофизических характеристик материалов / В.В. Власов, М.В. Кулаков, А.И. Фесенко, С.В. Груздев. – М. : Машиностроение, 1977. – 192 с.

95. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система неразрушающего теплового контроля / С.В. Мищенко, Н.Ф. Майникова // Приборы. – 2009. – № 4. – С. 10 – 14.

96. Жуков, Н.П. Математическое моделирование теплопереноса в полуограниченном теле от линейного источника тепла / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, О.Н. Попов // Математические методы в технике и технологиях. ММТТ-22 : сб. тр. XXII Междунар. науч. конф. – Псков, 2009. – Т. 9. – С. 97 – 98.

97. Мищенко, С.В. Микропроцессорная система измерения теплофизических характеристик / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.А. Чуриков // Приборы и техника эксперимента. – 1989. – № 3. – С. 227–228.

98. Жуков, Н.П. Моделирование теплопереноса в полуограниченном теле от линейного источника тепла постоянной мощности // Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, О.Н. Попов // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения, информатики и экономики. Книга: Приборостроение; Московск. гос. университет приборостроения и информатики : науч. тр. XII Междунар. науч.-практ. конф. – М., 2009. – С. 97 – 102.

99. Жуков, Н.П. Многомодельные методы и средства неразрушающего контроля теплофизических свойств изделий из твердых неметаллических материалов : автореф. дис. ... д-ра техн. наук: 05.11.13 / Н.П. Жуков. – М., 2005. – 32 с.

100. Чернышева, Т.И. Методы и средства неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов / Т.И. Чернышева, В.Н. Чернышев. – М. : Машиностроение, – 2001. – 240 с.

101. Рогов, И.В. Разработка теплофизических методов контроля физикомеханических свойств композиционных материалов : автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.11.13 / И.В. Рогов. – Тамбов, 1999. – 16 с.

102. Селиванова, З.М. Интеллектуализация информационно-измерительных систем неразрушающего контроля теплофизических свойств твердых материалов : автореф. дис. ... д-ра техн. наук: 05.11.16 / З.М. Селиванова. – Тамбов, 2006. – 32 с.

103. Чех, А.С. Метод и автоматизированная система неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерных материалах : автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.11.13 / А.С. Чех. – Тамбов, 2004. – 16 с.

104. Теоретические и практические основы теплофизических измерений / под ред. С.В. Пономарева. – М., 2008. – 408 с.

105. Балашов, А.А. Информационно-измерительная система неразрушающего контроля температурных характеристик стуктурных переходов в полимерных материалах : автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.11.16 / А.А. Балашов. – Тамбов, 2005. – 16 с.

106. Пономарев, С.В. Методы и устройства для измерения эффективных теплофизических характеристик потоков технологических жидкостей / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 1997. – 248 с.

107. Пономарев, С.В. Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений : монография. В 2 кн. / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2006. – Кн. 1. – 204 с.

108. Пономарев, С.В. Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений : монография. В 2 кн. / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2006. – Кн. 2. – 204 с.

109. Ponomarev, S.V. Measurements of Termophysical Properties by Laminar Flow Methods / S.V. Ponomarev, S.V. Mishenko, T.F. Irvine, Jr. – New York : Begell House, Inc. Publishers, 2001.

110. Теоретическое обоснование метода неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, О.Н. Попов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2010. – Т. 16, № 2. – С 296 – 302.

111. Моделирование теплопереноса в системе двух тел при гармоническом тепловом воздействии / И.В. Рогов, Н.Ф. Майникова, О.Н. Попов, С.В. Молодов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2011. – Т. 17, № 2. – С. 360 – 364.

112. Майникова, Н.Ф. Математическое моделирование теплопереноса в полуограниченном теле от линейного источника тепла постоянной мощности / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, О.Н. Попов // Информатика: про-

блемы, методология, технологии : материалы IX Междунар. науч.-метод. конф. – Воронеж : Изд-во ВГУ, 2009. – Т. 2. – С. 264 – 267.

113. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система неразрушающего контроля металлизированных полимерных изделий / А.О. Антонов, Е.В. Пудовкина, Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 1. – С. 51 – 55.

114. Жуков, Н.П. Имитационное моделирование теплопереноса в методе неразрушающего контроля полимеров / Д.Г. Бородавкин, О.Н. Попов, Н.П. Жуков, О.Н. Бардадымова // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 1. – С. 122 – 126.

115. Волохов, Г.М. Некоторые методы и приборы для исследования теплофизических характеристик / Г.М. Волохов, А.Г. Шашков, Ю.Е. Фрайман // Инженерно-физический журнал. – 1967. – Т. 13, № 15. – С. 663 – 689.

116. Шашков, А.Г. Методы определения теплопроводности и температуропроводности / А.Г. Шашков, Г.М. Волохов, Т.Н. Абраменко, В.П. Козлов. – Л. : Энергия, 1973. – 242 с.

117. Шашков, А.Г. Системно-структурный анализ процессов теплообмена и его применение / А.Г. Шашков. – М. : Энергоатомиздат, 1983. – 280 с.

118. Жуков, Н.П. Информационно-измерительная система, реализующая многомодельный метод определения теплофизических свойств материалов / Н.П. Жуков, Н.Ю. Тужилина, Е.П. Полунин, Д.С. Кацуба // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 1. – С. 293 – 297.

119. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система теплового контроля полимерных материалов / С.С. Никулин, Н.Ф. Майникова, А.О. Антонов, Н.П. Жуков // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательскополиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 2. – С. 134 – 137.

120. Майникова, Н.Ф. Имитационное исследование метода неразрушающего теплового контроля твердых материалов / О.Н. Попов, Н.Ф. Майникова, И.В. Ерохин, Д.Г. Бородавкин // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 2. – С. 196 – 200.

121. Козлов, В.П. Методы неразрушающего контроля при исследовании теплофизических характеристик твердых материалов / В.П. Козлов, А.В. Стан-кевич // Инженерно-физический журнал. – 1984. – Т. 47, № 2. – С. 250 – 255.

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

123. Козлов, В.П. Физико-математические модели для теорий неразрушающего контроля теплофизических свойств / В.П. Козлов, Н.А. Абдельразак, Н.И. Юрчук // Инженерно-физический журнал. – 1995. – Т. 68, № 6. – С. 1011 – 1021.

124. Унифицированный ряд приборов для теплофизических измерений / С.Е. Буравой, В.В. Курепин, Г.С. Петров, Е.С. Платунов, В.И. Соловьев, В.Б. Ясюков, В.М. Козин // Инженерно-физический журнал. – 1980. – Т. 38, № 3. – С. 420 – 429.

125. Курепин, В.В. Принципы построения рядов промышленных теплофизических приборов / В.В. Курепин // Промышленная теплотехника. – 1981. – Т. 3, № 1. – С. 3 – 10.

126. Курепин, В.В. Приборы для теплофизических измерений с прямым отсчетом / В.В. Курепин, В.М. Козин, Ю.В. Левочкин // Промышленная теплотехника. – 1982. – Т. 4, № 3. – С. 91 – 97.

127. Буравой, С.Е. Теплофизические приборы / С.Е. Буравой, В.В. Курепин, Е.С. Платунов // Инженерно-физический журнал. – 1986. – Т. 30, № 4. – С. 741 – 753.

128. Буравой, С.Е. Теория, методы и средства определения теплофизических характеристик материалов холодильной и криогенной техники при комбинированных тепловых воздействиях : автореф. дис. ... д-ра техн. наук: 05.11.13 / С.Е. Буравой. – СПб., 1996. – 31 с.

129. Белов, Е.А. Определение теплопроводности и температуропроводности твёрдых тел односторонним зондированием поверхности / Е.А. Белов, В.В. Курепин, Н.В. Нименский // Инженерно-физический журнал. – 1985. – Т.49, № 3. – С. 463 – 465.

130. Многомодельный метод неразрушающего определения теплофизических свойств твердых материалов / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, Е.В. Пудовкина // Инженерно-физический журнал. – 2012. – Т. 85, № 1. – С. 188 – 194.

131. Кулаков, М.В. Технологические измерения и приборы для химических производств / М.В. Кулаков. – М.: Машиностроение, 1983. – 424 с.

132. Майникова, Н.Ф. Математическое моделирование теплопереноса в системе двух тел / Е.В. Пудовкина, Н.Ф. Майникова, А.О. Антонов, А.С. Селянина // Информатика: проблемы, методология, технологии : материалы XI Междунар. науч.-метод. конф. В 3 т. – Воронеж : Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета, 2011. – Т. 2. – С. 235 – 238.

133. Шаталов, Ю.С. Функционально-интегральные уравнения теплофизических характеристик / Ю.С. Шаталов. – М. : Наука, 1996. – 256 с.

134. Алифанов, О.М. Некоторые вопросы решения обратных задач теплопроводности и автоматизированной обработки данных в теплофизических исследованиях / О.М. Алифанов // Инженерно-физический журнал. – 1980. – Т. 39, № 2. – С. 211 – 219.

135. Алифанов, О.М. Обратные задачи теплообмена / О.М. Алифанов. – М. : Машиностроение, 1988. – 280 с.

136. Алифанов, О.М. Экстремальные методы решения некорректных задач и их приложения к обратным задачам теплообмена / О.М. Алифанов, Е.А. Артюхин, С.В. Румянцев. – М. : Наука, 1988. – 288 с.

137. Алифанов, О.М. Идентификация математических моделей сложного теплообмена / О.М. Алифанов, Е.А. Артюхин, А.В. Ненарокомов. – М. : Изд-во МАИ, 1999. – 268 с.

138. Исследование процессов теплообмена методами обратных задач: теория и практика / О.М. Алифанов, С.А. Будник, В.В Михайлов, А.В. Ненарокомов // Труды IV Рос. нац. конф. по теплообмену. В 8 т. – М. : Изд-во МАИ, 2006. – Т. 1. – С. 38 – 47.

139. Beck, J.V. Thermocouple Temperature Disturbances in Low Conductivity Materials / J.V. Beck // Journal of Heat Transfer. – 1962. – V. 84. – P. 124 – 131.

140. Kaviamipour, A. Thermal property estimation utilizing the Laplace transform with application to asphaltic pavement / A. Kaviamipour, J.V. Beck // Int. J. Heat and Mass Transfer, 1977. - V. 20, $N_{2} 3. - P. 259 - 267$.

141. Beck, J.V. Large time solution for temperatures in semiinfinite body with a disk heat source / J.V. Beck // Int. J. Heat Mass Transfer. $-1981. - N_{2} 24. - P. 155 - 164.$

142. Бек, Дж. Некорректные обратные задачи теплопроводности / Дж. Бек, Б. Блакуэлл, Ч. Сент-Клер ; пер. с англ. – М. : Мир, 1989. – 312 с.

143. Harriet, H. System Identification, Method and Application / H. Harriet, Kagivada. – London–Amsterdam–Ontario–Sidney–Tokyo : Addison – Wesley Publishing Company, 1974. – 297 p.

144. Иида, И. Экспериментальный метод определения скорости выделения тепла, температуропроводности и теплопроводности твёрдых веществ / И. Иида, С. Отани, К. Стефан // Приборы для научных исследований. – 1984. – № 10. – С. 126 – 132.

145. Карташов, Э.М. Аналитические методы в теории теплопроводности твердых тел / Э.М. Карташов. – М. : Высшая школа, 2001. – 550 с.

146. Камья, Ф.М. Импульсная теория теплопроводности / Ф.М. Камья. – М. : Энергия, 1972. – 271 с.

147. Жуков, Н.П. Способ неразрушающего определения теплофизических свойств твердых материалов / Н.П. Жуков // Инженерно-физический журнал. – 2004. – Т. 77, № 5. – С. 139 – 145.

148. Жуков, Н.П. Моделирование процесса теплопереноса от импульсного линейного источника тепла при теплофизических измерениях / Н.П. Жуков // Инженерно-физический журнал. – 2005. – Т. 78, № 3. – С. 86 – 95.

149. Жуков, Н.П. Моделирование оттоков тепла в зонд при теплофизическом контроле / Н.П. Жуков // Инженерно-физический журнал. – 2005. – Т. 78, № 4. – С. 108 – 116.

150. Фесенко, А.И. Цифровые устройства для определения теплофизических свойств материалов / А.И. Фесенко. – М. : Машиностроение, 1981. – 239 с.

151. Клебанов, М.Г. Неразрушающий экспресс-контроль теплофизических характеристик твердых материалов с использованием точечного источника тепла / М.Г. Клебанов, Т.А. Фесенко // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2000. – Т. 6, № 2. – С. 208 – 220.

152. Осипова, В.А. Экспериментальное исследование процессов теплообмена / В.А. Осипова. – М. : Энергия, 1979. – 320 с.

153. Беляев, Н.М. Методы нестационарной теплопроводности / Н.М. Беляев, А.А. Рядно. – М. : Высш. шк., 1978. – 328 с.

154. Рыбаков, В.И. Прибор с точечным нагревателем для определения теплопроводности изотропных материалов / В.И. Рыбаков, Ю.А. Матвеев, А.Д. Филимонов // Труды Научно-исследовательского института Мосстроя. – М., 1968. – Вып. 6. – С. 253 – 256.

155. Серых, Г.М. Прибор для комплексного определения теплофизических характеристик материалов / Г.М. Серых, Б.П. Колесников, В.Г. Сысоев // Промышленная теплотехника. – 1981. – Т. 3, № 1. – С. 85 – 91.

156. А.с. № 458753 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических свойств материалов / С.З. Сапожников, Г.М. Серых. – № 1779566/26-25 ; заявл. 03.05.72 ; опубл. 30.01.75, Бюл. № 4. – С. 87–88.

157. А.с. № 832433 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических свойств материалов / Г.М. Серых, Б.П. Колесников. – № 2790055/18-25; заявл. 06.07.79; опубл. 23.05.81, Бюл. № 19. – С. 191.

158. А.с. № 949448 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических характеристик материалов / Б.П. Колесников, Г.М. Серых, В.Г. Сысоев. – № 2842281/18-25 ; заявл. 23.11.79 ; опубл. 08.07.82, Бюл. № 29. – С. 180.

159. А.с. № 935764 СССР, G 01 N 25/18. Способ комплексного определения теплофизических свойств веществ в области фазовых переходов и устройство для его осуществления / В.Я. Прохоренко, Б.И. Соколовский, В.А. Понимаш, П.Ю. Мартынюк-Лотоцкий. – № 2988755/18-25; заявл. 09.10.80; опубл. 15.06.82, Бюл. № 22. – С. 146.

160. А.с. № 1437758 СССР, G 01 N 25/18. Способ контроля качества полимерных материалов / М.У. Белый, В.Ф. Гришачев, Л.Е. Желудик, Г.Л. Конончук, Ю.И. Кузовков, Т.П. Танцюра. – № 4124077/31-25 ; заявл. 18.06.86 ; опубл. 15.11.88, Бюл. № 42. – С. 184.

161. А.с. № 1437755 СССР, G 01 N 25/02. Способ определения тепловых эффектов широкотемпературных необратимых процессов в материалах / А.Е. Венгер, Ю.Е. Фрайман. – № 4154255/31-25; заявл. 01.12.86; опубл. 15.11.88, Бюл. № 42. – С. 183.

162. Guttman, C. On the drawing of the base line for differential scanning calorimetric calculation of heal of transition / C. Guttman, J. Flynn. – Analytical chemistry, 1973. – V. 45, № 2. – P. 408 – 410.

163. А.с. № 1396027 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения температуры фазовых переходов / П.Д. Алексеев, Т.К. Панова. – № 4084381/31-25 ; заявл. 03.07.86 ; опубл. 15.05.88, Бюл. № 18. – С. 180.

164. А.с. № 1343326 СССР, G 01 N 25/02. Способ определения типа фазового превращения в твердых сегнетоэлектрических кристаллах / С.А. Гриднев, Б.М. Даринский, В.М. Попов. – № 4019240/31-25 ; заявл. 12.11.85 ; опубл. 07.10.87, Бюл. № 37.

165. Берг, Л.Г. Введение в термографию / Л.Г. Берг. – М. : Наука, 1969. – С. 11 – 15.

166. А.с. № 8000839 СССР, G 01 N 25/02. Способ определения физического состояния и фазового состава силикатных веществ / В.Д. Глуховский, В.В. Глуховский, А.В. Ивлиев, Р.Ф. Рунова, Л.А. Шейнич. – № 2744537/18-25 ; заявл. 29.03.79 ; опубл. 30.01.81, Бюл. № 4. – С. 176.

167. А.с. № 1062584 СССР, G 01 N 25/12. Способ определения температурных интервалов релаксационных переходов в полимерных материалах / С.А. Абасов, М.А. Курбанов, Б.А. Гусейнов, Т.М. Велиев, М.М. Кулиев. – № 3391668/18-25 ; заявл. 17.05.81 ; опубл. 23.12.83, Бюл. № 47. – С. 178–179.

168. А.с. № 1557498 СССР, G 01 N 25/18. Способ измерения теплопроводности и температуропроводности твердых материалов / В.В. Просветов, Б.Е. Тихонов, В.Н. Шмаков. – № 4349472/24-25; заявл. 19.10.87; опубл. 15.04.90, Бюл. № 14. – С. 207.

169. Kobayasi, K. Simultaneous Measurement of Thermal Diffusivity and Spectfic Heart at High Temperatures by a Single Rectangular Pulse Heating Method / K. Kobayasi // International journal of Thermophysics. – 1986. – V. 7, \mathbb{N} 1. – P. 181–195.

170. А.с. № 1561024 СССР, G 01 N 25/18. Способ неразрушающего контроля теплопроводности материалов / Е.А. Белов, Г.Я. Соколов, М.А. Кузьмина. – № 4409036/31-25 ; заявл. 10.02.88 ; опубл. 30.04.90, Бюл. № 16. – С. 189.

171. А.с. № 1406469 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических характеристик / А.Г. Мазуренко, В.Е. Иванов, В.Н. Пахомов, В.Г. Федоров, Д.П. Коломиец, А.А. Глуздань. – № 4106400/21-25 ; заявл. 12.07.86 ; опубл. 30.06.88, Бюл. № 24. – С. 157.

172. А.с. № 1387647 СССР, G 01 N 25/18. Способ неразрушающего определения теплопроводности материалов теплозащитных покрытий на металлическом основании. / Е.А. Белов, Г.Я. Соколов, Ю.В. Левочкин, В.М. Козин. – № 4012352/31-25 ; заявл. 31.01.86.

173. Соколов, Г.Я. Автоматизированная установка для неразрушающего контроля теплопроводности материалов теплозащитных покрытий / Г.Я. Со-колов, Е.С. Платунов // Известия ВУЗов СССР. – Приборостроение. – 1985. – Т. XXVIII, № 8. – С. 86 – 90.

174. А.с. № 1770871 СССР, G 01 N 25/18. Устройство для определения теплофизических характеристик материалов / Б.П. Колесников. – № 4851534/25 ; заявл. 17.07.90 ; опубл. 23.10. 92, Бюл. № 39. – С. 154. 175. А.с. № 1374926 СССР, G 01 N 25/18. Устройство для неразрушающих измерений тепловой активности твердых тел. / В.А. Поперечнюк, И.Е. Вилкс, М.И. Балодис, И.А. Бернавс, В.И. Зотов, С.Н. Негреева. – № 4009607/31-25 ; заявл. 13.11.85.

176. Варганов, И.С. Теплометрический дефектоскоп для неразрушающего контроля машиностроительных конструкций / И.С. Варганов // Промышленная теплотехника. – 1985. – № 1. – С. 61 – 63.

177. Васильев, М.В. К вопросу о тепловом эксперименте / М.В. Васильев // Инженерно-физический журнал. – 1997. – Т. 47, № 2. – С. 250 – 255.

178. А.с. № 315981 СССР, G 01 N 25/18. Устройство для измерения коэффициента температуропроводности материалов / Г.Н. Дульнев, Е.С. Платунов, В.В. Курепин, И.Ф. Шубин, Г.Р. Гольберг, Ю.В. Алешкевич. – Опубл. в Б.И., 1971. – № 29.

179. А.с. № 485370 СССР, G 01 N 25/18. Устройство для исследования теплофизических свойств различных веществ в диапазоне температур 4,2 – 400 К / В.И. Выборнов, А.Н. Борзик, Г.А. Кувшинов. – Опубл. в Б.И., 1975. – № 35.

180. Мищенко, С.В. Метод неразрушающего контроля при исследовании температурной зависимости теплофизических характеристик массивных образцов / С.В. Мищенко, А.А. Чуриков, В.Е. Подольский // Вестник Тамбовского государственного технического университета, – 1995. – Т. 1, № 3–4. – С. 246 – 254.

181. Тепло- и массообмен. Теплотехнический эксперимент : справочник / Е.В. Аметистов, В.А. Григорьев, Б.Т. Емцев ; под общ. ред. В.А. Григорьева и В.М. Зорина. – М. : Энергоиздат, 1982. – 512 с.

182. Самарский, А.А. Введение в численные методы / А.А. Самарский. – М. : Наука, 1987. – 288 с.

183. Петухов, Б.С. Опытное изучение процессов теплопередачи / Б.С. Петухов. – М.–Л. : Госэнергоиздат, 1952. – 334 с.

184. Рогов, И.В. Определение рабочих участков термограмм в многомодельном методе контроля ТФХ / И.В. Рогов, А.А. Балашов, Н.Ф. Майникова // Труды ТГТУ. – Тамбов, 2000. – Вып. 5. – С. 76–79.

185. Futas G. // Polym. Motion Dense Syst.: Proc. Workshop. Grenoble. Sept. 23 - 25, 1987, Berlin, 1988. – P. 44 - 48.

186. Волькенштейн, В.С. Скоростной метод определения теплофизических характеристик материала / В.С. Волькенштейн. – М. : Энергия, 1971. – 172 с.

187. Шлыков, Ю.П. Контактный теплообмен / Ю.П. Шлыков, Е.А. Гарин. – М.–Л. : Энергия, 1963. – 144 с.

188. Коротков, П.А. Динамические контактные измерения тепловых величин / П.А. Коротков, Г.Е. Лондон. – Л. : Машиностроение, 1974. – 222 с.

189. Ярышев, Н.А. Теоретические основы измерения нестационарных температур / Н.А. Ярышев. – Л. : Энергия, 1967. – 298 с.

190. Олейник, Б.Н. Исследования в области тепловых измерений / Б.Н. Олейник. – М. : Наука, 1974. – 142 с.

191. Меламед, Л.Е. Нагрев массивного тела круговым источником тепла с учётом теплоотдачи с поверхности / Л.Е. Меламед // Инженерно-физический журнал. – 1981. – Т. 40, № 3. – С. 524 – 526.

192. Приборы для неразрушающего контроля материалов и изделий: справочник. В 2 кн. / под ред. В.В. Клюева. – 2-е изд. – М. : Машиностроение, 1986.

193. Определение комплекса теплофизических характеристик материалов по данным нестационарных измерений при нагреве локальным источником тепла / А.С. Голосов, В.И. Жук, А.А. Лопашев, Д.Н. Чубаров // Инженерно-физический журнал. – 1991. – Т. 60, № 12. – С. 327 – 335.

194. Цапенко, М.П. Измерительные информационные системы / М.П. Цапенко. – М. : Энергоатомиздат, 1985. – 439 с.

195. Варганов, И.С. Современное состояние и основные проблемы тепловых методов неразрушающего контроля / И.С. Варганов, Г.Т. Лебедев, В.В. Коннов // Промышленная теплотехника. – 1983. – Т. 5, № 3. – С. 80 – 93.

196. Гаврильев, Р.И. Метод определения теплофизических свойств горного массива без нарушения естественной структуры / Р.И. Гаврильев, И.Д. Никифоров // Инженерно-физический журнал. – 1983. – Т. 45, № 1. – С. 85 – 91.

197. Дульнев, Г.Н. Теплопроводность смесей и композиционных материалов / Г.Н. Дульнев, Ю.П. Заричняк. – Л. : Наука и техника, 1974. – 264 с.

198. Дульнев, Г.Н. Комплекс методик, программ и аппаратуры для автоматизации теплофизических исследований / Г.Н. Дульнев, Г.Н. Лукьянов // Инженерно-физический журнал. – 1981. – Т. 40, № 4. – С. 717 – 720.

199. Дульнев, Г.Н. Процессы переноса тепла в неоднородных средах / Г.Н. Дульнев, В.В. Новиков. – Л. : Энергоатомиздат, 1991. – 248 с.

200. Приборы для теплофизических измерений: каталог / под ред. А.А. Долинского. – Киев : Изд-во Реклама, 1986. – 73 с.

201. Вавилов, В.П. Тепловые методы неразрушающего контроля : справочник / В.П. Вавилов. – М. : Машиностроение, 1991. – 240 с.

202. Карташов, Э.М. Метод функций Грина для уравнений параболического типа в нецилиндрических областях / Э.М. Карташов // Доклады АН СССР. – 1996. – Т. 35, № 1. – С. 32 – 36.

203. Рубин, А.Г. Решение краевых задач нестационарной теплопроводности в области с движущейся границей при наличии источника теплоты / А.Г. Рубин // Вестник Челябинского университета. – 1994. – № 1. – С. 108 – 111.

204. К семидесятилетию В.Н. Масленниковой // Вестник Российского университета дружбы народов. – 1996. – Вып. 1, № 3. – С. 3 – 14.

205. Несененко, Г.А. Пограничный слой в нелинейных температурных полях многослойных тел с подвижными границами / Г.А. Несененко. – М. : Альфа, 1993. – 102 с.

206. Несененко, Г.А. Библиографический справочник по теме: «Геометро-оптический асимптотический метод решения нелинейных сингулярно возмущенных задач тепло- и массопереноса в многослойных средах с дефектами типа трещин» / Г.А. Несененко. – М.: МГЗПИ, 1994. – 85 с. 207. Коздоба, Л.А. Качественный анализ линеаризации квазилинейных задач нестационарной теплопроводности / Л.А. Коздоба // Теплофизика и теплотехника. – 1972. – Вып. 21. – С. 27 – 31.

208. Коздоба, Л.А. Методы решения нелинейных задач теплопроводности / Л.А. Коздоба. – М. : Наука, 1975. – 228 с.

209. Коздоба, Л.А. Решение нелинейных задач теплопроводности / Л.А. Коздоба. – Киев : Наукова думка, 1976. – 136 с.

210. Коздоба, Л.А. Методы решения обратных задач теплопроводности / Л.А. Коздоба, П.Г. Круковский. – Киев : Наукова думка, 1982. – 360 с.

211. Коздоба, Л.А. Вычислительная теплофизика / Л.А. Коздоба. – Киев : Наукова думка, 1992. – 224 с.

212. Cannon, J. A two-phase Stefan problem with flux boundary conditions / J. Cannon, M. Primicerio // Ann. Math. Pura Appl. – 1971. – V. 88. – P. 193 – 205.

213. Рубинштейн, Л.Ч. Проблема Стефана / Л.Ч. Рубинштейн. – Рига : Звайгзне, 1967. – 180 с.

214. Мейрманов, А.М. О классическом решении многомерной задачи Стефана для квазилинейных параболических уравнений / А.М. Мейрманов // Математический сборник. – 1980. – Т. 112, № 2. – С. 170 – 192.

215. Мейрманов, А.М. Задача Стефана / А.М. Мейрманов. – Новосибирск : Наука, 1986. – 239 с.

216. Ким, Е.И. Исследование второй граничной задачи Стефана при малых значениях времени / Е.И. Ким, Г.И. Бижанова // Вестник АН КазССР. – 1981. – № 6. – С. 76 – 86.

217. Данилюк, И.И. Об одном варианте двухфазной задачи Стефана при наличии теплоисточников / И.И. Данилюк, С.В. Салей // Доклады АН УССР. Сер. А. – 1975. – № 11. – С. 972 – 976.

218. Будак, Б.М. О классическом решении многомерной многофронтовой задачи Стефана / Б.М. Будак, М.З. Москал // Доклады АН СССР. – 1969. – Т. 188, № 1. – С. 9 – 12.

219. Бачелис, Р.Д. О решении квазилинейной двухфазной задачи Стефана методом прямых при слабых ограничениях на входные данные задачи / Р.Д. Бачелис, В.Г. Меламед // Журнал вычислительной математики и математической физики. – 1972. – Т. 12, № 3. – С. 828–829.

220. Базалий, Б.В. Устойчивость гладких решений двухфазной задачи Стефана / Б.В. Базалий // Доклады АН СССР. – 1982. – Т. 262, № 2. – С. 265 – 269.

221. Авдонин, Н.А. Математическое описание процессов кристаллизации / Н.А. Авдонин. – Рига : Зинатне, 1980. – 180 с.

222. Арсенин, В.Я. Методы математической физики и специальные функции : учебник / В.Я. Арсенин. – М. : Наука, 1984. – 384 с.

223. Гринберг, Г.А. О решении обобщенной задачи Стефана о промерзании жидкости, а также родственных задач теплопроводности, диффузии и других / Г.А. Гринберг // Журнал технической физики. – 1967. – Т. 37, № 9. – С. 1598 – 1606. 224. Гринберг, Г.А. О движении поверхности раздела фаз в задачах стефановского типа / Г.А. Гринберг, О.М. Чекмарева // Журнал технической физики. – 1970. – Т. 60, № 10. – С. 2025 – 2031.

225. Диткин, В.А. Интегральные преобразования и операционное исчисление / В.А. Диткин, А.П. Прудников. – М. : Наука, 1974. – 542 с.

226. Диткин, В.А. Операционное исчисление / В.А. Диткин, А.П. Прудников. – М. : Высшая школа, 1975. – 407 с.

227. Карташов, Э.М. Метод решения обобщенных тепловых задач в области с границей, движущейся по параболическому закону / Э.М. Карташов, Б.Я. Любов // Журнал технической физики. – 1971. – Т. 61, № 1. – С. 3 – 16.

228. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения краевых задач уравнения теплопроводности в области с движущимися границами / Э.М. Карташов, Б.Я. Любов // Известия АН СССР. Сер. Энергетика и транспорт. – 1974. – № 6. – С. 83 – 111.

229. Любов, Б.Я. Кинетическая теория фазовых превращений / Б.Я. Любов. – М. : Металлургия, 1969. – 263 с.

230. Любов, Б.Я. Теория кристаллизации в больших объемах / Б.Я. Любов. – М. : Наука, 1976. – 256 с.

231. Чекмарева, О.М. Некоторые интегральные уравнения нового типа для задач с фазовыми переходами / О.М. Чекмарева // Журнал технической физики. – 1971. – Т. 61, № 6. – С. 1115 – 1121.

232. Чекмарева, О.М. О движении поверхности фазового перехода при больших временах в осесимметричной задаче Стефана / О.М. Чекмарева // Журнал технической физики. – 1975. – Т. 65, № 2. – С. 209 – 213.

233. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения краевых задач теплопроводности с разнородными граничными условиями на линиях / Э.М. Карташов // Известия АН СССР. Сер. Энергетика и транспорт. – 1986. – № 5. – С. 125 – 150.

234. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения смешанных граничных задач теории теплопроводности / Э.М. Карташов // Известия АН СССР. Сер. Энергетика и транспорт. – 1986. – № 6. – С. 116 – 129.

235. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения краевых задач нестационарной теплопроводности в областях с движущимися границами / Э.М. Карташов // Известия АН РФ. Сер. Энергетика. – 1999. – № 5. – С. 3 – 32.

236. Карташов, Э.М. Метод обобщенного интегрального преобразования при решении уравнения теплопроводности в области с движущейся границей / Э.М. Карташов // Инженерно-физический журнал. – 1990. – Т. 52, № 3. – С. 495 – 505.

237. Новицкий, П.В. Оценка погрешностей результатов измерений / П.В. Новицкий, И.А. Зограф. – Л. : Энергоатомиздат, 1985. – 248 с.

238. Маркин, Н.С. Основы теории обработки результатов измерений / Н.С. Маркин. – М. : Изд-во стандартов, 1991. – 176 с.

239. Брюханов, В.А. Методы повышения точности измерений в промышленности / В.А. Брюханов. – М. : Изд-во стандартов, 1991. – 108 с.

240. Елисеева, И.И. Общая теория статистики / И.И. Елисеева, М.М. Юзбашев. – М. : Финансы и статистика, 1995. – 368 с.

241. Сергеев, О.А. Метрологические основы теплофизических измерений. – М. : Изд-во стандартов, 1972. – 154 с.

242. Герасимович, А.И. Математическая статистика. – Минск : Высш. школа, 1983. – 279 с.

243. Бурдун, Г.Д. Основы метрологии / Г.Д. Бурдун, Б.Н. Марков. – М. : Изд-во стандартов, 1985. – 256 с.

244. Сергеев, А.Г. Метрология / А.Г. Сергеев, В.В. Крохин. – М. : Логос, 2001. – 408 с.

245. Пустыльник, Е.И. Статистические методы анализа и обработки наблюдений / Е.И. Пустыльник. – М. : Наука, 1968. – 288 с.

246. Дрейпер, Н. Прикладной регрессионный анализ / Н. Дрейпер, Г. Смит. – М. : Финансы и статистика, 1986. – Кн. 1. – 366 с.; 1986. – Кн. 2. – 351 с.

247. Янко, Я. Математико-статистические таблицы / Я. Янко. – М.: ГОССТАТИЗДАТ ЦСУ СССР, 1961. – 244 с.

248. Точность контактных методов измерения температуры / под ред. А.И. Гордова. – М. : Изд-во стандартов, 1976. – 231 с.

249. Коротков, В.П. Основы метрологии и теории точности измерительных устройств / В.П. Коротков, Д.А. Тайц. – М. : Изд-во стандартов, 1978. – 352 с.

250. Гортышов, Ю.Ф. Теория и техника теплофизического эксперимента / Ю.Ф. Гортышов, Ф.Н. Дресвянников ; под ред. В.К. Щукина. – М. : Энергоатомиздат, 1985. – 362 с.

251. Козлов, В.В. Поверка средств неразрушающего контроля / В.В. Козлов. – М. : Изд-во стандартов, 1989. – 215 с.

252. Фрумкин, В.Д. Теория вероятностей и статистика в метрологии и измерительной технике / В.Д. Фрумкин, Н.А. Рубичев. – М. : Машиностроение, 1987. – 168 с.

253. Грановский, В.А. Методы обработки экспериментальных данных при измерениях / В.А. Грановский, Т.Н. Сирая. – Л. : Энергоатомиздат, 1990. – 287 с.

254. Герасимов, Б.И. Введение в аналитическое приборостроение / Б.И. Герасимов, С.В. Мищенко. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 1995. – 130 с.

255. Платунов, А.Е. Приборные контроллеры / А.Е. Платунов, Р.Р. Ковязин // Приборостроение и средства автоматизации. Энциклопедический справочник. – 2005. – № 1. – С. 50 – 52.

256. Эталонные и образцовые измерительные приборы и установки: справ. – М. : Изд-во стандартов, 1990. – 135 с.

257. Кристаллизация политетрафторэтилена под действием γ-излучения / Ю.В. Зеленев, А.А. Коптелов, Д.Н. Садовничий, О.Ф. Шленский, Д.Д. Валгин // Пластические массы. – 2002. – № 1. – С. 19 – 22.

258. Химмельблау, Д. Анализ процессов статистическими методами / Д. Химмельблау. – М. : Мир, 1973. – 960 с.

259. Разработка метода и устройства для определения температурозависимых теплофизических свойств твёрдых полимерных материалов без разрушения исследуемого образца в диапазоне температур от комнатной до 100 °С: Отчет о НИР (заключ.) / Тамб. ин-т хим. машиностроения; рук. Ю.Л. Муромцев. – Тамбов, 1978. – 82 с. – № ГР 78009882. – Инв. № Б723664.

260. ГОСТ 8.009-84. ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений.

261. Разработка макета прибора оперативного контроля качества теплоизоляционных материалов и модернизация 4-х ИВС «Термис»: Отчет о НИР / Тамб. ин-т хим. машиностроения (ТИХМ); рук. Ю.Л. Муромцев. – Тамбов, 1986. – 70 с. – № ГР 01860042845. – Инв. № 02870029601.

262. Лаврентьев, М.М. О некоторых некорректных задачах математической физики / М.М. Лаврентьев. – Новосибирск : Наука, 1962. – 91 с.

263. Арсенин, В.Я. Некорректно поставленные задачи / В.Я. Арсенин, А.Н. Тихонов // Энциклопедия кибернетики / под ред. В.М. Глушкова. – Киев, 1974. – Т. 2. – С. 76 – 78.

264. Арсенин, В.Я. Некорректно поставленных задач способы решения / В.Я. Арсенин, А.Н. Тихонов // Энциклопедия кибернетики / под ред. В.М. Глушкова. – Киев, 1974. – Т. 2. – С. 78 – 80.

265. Тихонов, А.Н. Методы решения некорректных задач / А.Н. Тихонов, В.Я. Арсенин. – М. : Наука, 1986. – 288 с.

266. Карташов, Э.М. Аналитические методы в теории теплопроводности твердых тел / Э.М. Карташов. – М. : Высшая школа, 1985. – 450 с.

267. Бейтмен, Г. Таблицы интегральных преобразований. В 2 т. / Г. Бейтмен, А. Эрдейи. – М. : Наука, 1969. – Т. 1. – 344 с.; 1970. – Т. 2. – 328 с.

268. Смирнов, В.И. Курс высшей математики. В 4 т. / В.И. Смирнов. – М. : Наука, 1967. – Т. 1. – 480 с. ; 1974. – Т. 2. – 656 с. ; 1967. – Т. 3, Ч. 1. – 324 с. ; 1969. – Т. 3, Ч. 2. – 672 с. ; 1974. – Т. 4. – 336 с.

269. Корн, Г. Справочник по математике (для научных работников и инженеров) / Г. Корн, Т. Корн. – М. : Наука, 1984. – 831 с.

270. Чистяков, В.С. Краткий справочник по теплотехническим измерениям / В.С. Чистяков. – М. : Энергоатомиздат, 1990. – 320 с.

271. Цветков, Э.И. Процессорные измерительные средства / Э.И. Цветков. – Л. : Энергоатомиздат, 1984. – 224 с.

272. Козлов, В.П. Микропроцессоры в теплофизических измерениях: обзор информ. / В.П. Козлов, А.В. Станкевич. – Минск : Изд-во Белорусского НИИНТИ, 1986. – 44 с. 273. Аничкин, С.Ф. Протоколы информационно вычислительных сетей : справочник / С.Ф. Аничкин, С.А. Белов ; под ред. И.А. Мизина, А.П. Кулешова. – М. : Радио и связь, 1990. – 504 с.

274. Me β rechner ZILA 1000, ZILA Elektronik GmbH, Zella Mehlis, Germany. – 1996.

275. INMA-1000 Sistem Produktkatalog. Ingenieurbyro Latzel & Zimmerman/ – Zella Mehlis, Germany, 1993.

276. Кириченко, Ю.А. Теплофизические характеристики полиметилметакрилата / Ю.А. Кириченко, Б.Н. Олейник, Т.З. Чадович // Новые научноисследовательские работы по метрологии. – М.–Л., 1964. – С. 24 – 28.

277. Назаров, Г.И. Теплостойкие пластмассы : справочник / Г.И. Назаров, В.В. Сушкин. – М. : Машиностроение, 1980. – 208 с.

278. Де Буийн, Й. Передовые технологии на Compact PCI / Й. Де Буийн, Р. Кохоек, Р. Дейвид // Мир компьютерной автоматизации. – 1998. – № 3. – С. 37 – 43.

279. Рыбаков, А.Н. Современные открытые международные стандарты для построения интегрированных измерительных и управляющих систем реального времени // Мир компьютерной автоматизации. – 1995. –№ 1. – С. 5 – 12.

280. Рыбаков, А.Н. Локальная шина РСІ (обзор) / А.Н. Рыбаков, Т.И. Зеленова // Мир компьютерной автоматизации. – 1996. – № 1. – С. 11 – 16.

281. Беляев, О.В. Особенности метода иррегулярного режима при исследовании теплопроводности твердых тел / О.В. Беляев, Г.С. Спирин // Инженерно-физический журнал. – 1998. – Т. 71, № 5. – С. 805 – 810.

282. Арнольд, В.И. Теория катастроф / В.И. Арнольд. – М.: Наука, 1990. – 398 с.

283. Карташов, Э.М. Метод интегральных преобразований в аналитической теории теплопроводности твердых тел / Э.М. Карташов // Известия РАН. Энергетика. – 1993. – № 2. – С. 99 – 127; 1993. – № 3. – С. 106 – 125.

284. Карташов, Э.М. Новые интегральные представления для аналитических решений уравнений параболического типа в нецилиндрических областях / Э.М. Карташов // Инженерно-физический журнал. – 1999. – Т. 72, № 5. – С. 826 – 836.

285. Карташов, Э.М. Новые интегральные соотношения для аналитических решений гиперболических моделей переноса / Э.М. Карташов // Доклады Академии наук. – 2002. – Т. 384, № 1. – С. 17 – 21.

286. Карташов, Э.М. Теория нестационарного переноса тепла на основе уравнений гиперболического типа / Э.М. Карташов, О.И. Ремизова // Известия РАН. Энергетика. – 2002. – № 3. – С. 146 – 156.

287. Карташов, Э.М. Метод функций Грина при решении краевых задач для уравнений параболического типа / Э.М. Карташов // Доклады Академии наук. – 1996. – Т. 351, № 1. – С. 32 – 36.

288. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения краевых задач нестационарной теплопроводности в области с движущимися границами / Э.М. Карташов // Известия РАН. Энергетика. – 1999. – № 5. – С. 3 – 35. 289. Карташов, Э.М. Новые интегральные соотношения для аналитических решений уравнений параболического типа в нецилиндрических областях / Э.М. Карташов // Доклады Академии наук. – 2000. – Т. 374, № 2. – С. 168 – 172.

290. Карташов Э.М. Аналитические методы решения краевых задач нестационарной теплопроводности в областях с движущимися границами / Э.М. Карташов // Инженерно-физический журнал. – 2001. – Т. 74, № 2. – С. 1 – 24.

291. Теоретические основы теплотехники. Теплотехнический эксперимент : справочник / под общ. ред. чл.-корр. РАН А.В. Клименко и проф. В.М. Зорина. – М. : Изд-во МЭИ, – 2001. – 564 с.

292. Кудинов, В.А. Аналитические решения задач тепломассопереноса и термоупругости для многослойных конструкций : учеб. пособие для вузов / В.А. Кудинов, Э.М. Карташов, В.В. Калашников. – М. : Высш. шк., 2005. – 430 с. : ил.

293. Цой, П.В. Методы расчета задач тепломассопереноса / П.В. Цой. – М. : Энергоатомиздат, 1984. – 414 с.

294. А.с. 264734 СССР, G 01 N 25/18. Устройство для определения теплопроводности / В.Р. Хлевчук, В.И. Рыбаков, Ю.А. Матвеев. – № 1286336/18-10 ; заявл. 02.12.68 ; опубл. 03.03.70, Бюл. № 9. – С. 117.

295. А.с. 305397 СССР, G 01 N 25/18. Способ определения теплопроводности и теплоемкости материалов / Н.Д. Данилов. – № 1333272/18-10 ; заявл. 08.05.69 ; опубл. 04.06.71, Бюл. № 18. – С. 143.

296. А.с. 387270 СССР, G 01 N 25/30. Устройство для определения теплофизических констант минералов / О.В. Эстерле. – № 1699177/26-25 ; заявл. 20.09.71 ; опубл. 21.06.73, Бюл. № 27. – С. 127.

297. А.с. 381009 СССР, G 01 N 25/00. Способ определения теплофизических характеристик материала / С.Л. Фомин, О.А. Петров. – № 1620733/29-33 ; заявл. 10.02.71 ; опубл. 15.05.73, Бюл. № 21.

298. Измерители теплопроводности твердых материалов системы КБ «ТЕПЛОФОН» / И.В. Кораблев, Ю.И. Беляев, Д.П. Вент, О.Н. Вепренцева // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : тр. V Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2004. – Ч. 1. – С. 188 – 193.

299. Азима, Ю.И. Метод измерения теплопроводности на основе интегральной формы уравнения Фурье / Ю.И. Азима // Заводская лаборатория. – 2000. – № 6. – С. 27 – 32.

300. Маврин, С.В. Определение погрешности измерения теплофизических характеристик теплоизоляционных материалов / С.В. Маврин, Н.И. Веденеев // Инженерно-физический журнал. – 1998. – Т. 71, № 1. – С. 106 – 111.

301. Геращенко, О.А. Температурные измерения : справочник / О.А. Геращенко, А.Н. Гордов, А.К. Еремина. – Киев : Наукова думка, 1989. – 704 с.

302. Кудинов, В.А. Тепломассоперенос и термоупругость в многослойных конструкциях / В.А. Кудинов, Э.М. Карташов. – М. : Энергоатомиздат, 1997. – 425 с.

303. Норри, Д. Введение в метод конечных элементов / Д. Норри, Ж. де Фриз. – М. : Мир, 1981. – 304 с.

304. Зенкевич, О. Конечные элементы и аппроксимация / О. Зенкевич, К. Морган. – М. : Мир, 1986. – 318 с.

305. ELCUT: Моделирование двухмерных полей методом конечных элементов. Версия 5.1. Руководство пользователя. – СПб. : Производственный кооператив ТОР, 2003. – 249 с.

306. Карташов, Э.М. Аналитические методы решения краевых задач уравнения теплопроводности в области с движущимися границами / Э.М. Карташов, Б.Я. Любов // Известия АН СССР. Сер. Энергетика и транспорт. – 1974. – № 6. – С. 83 – 111.

307. А.с. № 1056015 СССР, МКИ G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических свойств материалов / Ю.А. Попов, В.В. Березин, В.М. Коростелев, В.Г. Семенов, С.М. Скорняков ; заявл. 30.04.82 ; опубл. 23.11.83, Бюл. № 43.

308. А.с. № 1032382 СССР, МКИ G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических свойств твердых материалов / Ю.А. Попов, В.М. Коростелев, В.Г. Семенов, С.М. Скорняков, Г.А. Соловьев ; заявл. 31.03.82 ; опубл. 07.09.83, Бюл № 33. – С. 4.

309. А.с. № 1267242, МКИ G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических характеристик материалов / Р.Р. Мулюков, В.Е. Зиновьев. – № 3839492/31-25 ; заявл. 03.01.85 ; опубл. 30.11.86, Бюл. № 40. – С. 157.

310. Иванова, Г.М. Теплотехнические измерения и приборы / Г.М. Иванова, Н.Д. Кузнецов, В.С. Чистяков. – М. : Изд-во МЭИ, 2005. – 460 с.

311. Гаскаров, Д.В. Интеллектуальные информационные системы / Д.В. Гаскаров. – М. : Высш. шк., 2003. – 431 с.

312. Страбыкин, Д.А. Логический вывод в системах обработки знаний / Д.А. Страбыкин. – СПб. : СПГЭТУ, 1998. – 164 с.

313. Макетирование, проектирование и реализация диалоговых информационных систем / Л.И. Гуков, Е.И. Ломако, А.В. Морозова ; под ред. Е.И. Ломако – М. : Финансы и статистика, 1993. – 320 с.

314. Рыков, А.С. Методы системного анализа: многокритериальная и нечеткая оптимизация, моделирование и экспертные оценки / А.С. Рыков. – М. : Экономика, 1999. – 191 с.

315. Кофман, А. Введение в теорию нечетких множеств / А. Кофман. – М. : Радио и связь, 1982. – 324 с.

316. Емельянов, С.В. Многокритериальные методы принятия решений / С.В. Емельянов, О.И. Ларичев. – М. : Мир, 1985. – 245 с.

317. Гаврилова, Т.А. Базы знаний интеллектуальных систем / Т.А. Гаврилова, В.Ф. Хорошевский. – СПб. : Питер, 2000. – 348 с.

318. Зайцев, В.Ф. Справочник по дифференциальным уравнениям с частными производными: точные решения / В.Ф. Зайцев, А.Д. Полянин. – М. : Международная программа образования, 1996. – 496 с. 319. Фарлоу, С. Уравнения с частными производными для научных работников и инженеров / С. Фарлоу. – М. : Мир, 1985. – 384 с.

320. Самарский, А.А. Численные методы / А.А. Самарский, А.В. Гулин. – М. : Наука, 1989. – 432 с.

321. Бурдун, Г.Д. Основы метрологии / Г.Д. Бурдун, Б.Н. Марков. – М. : Изд-во стандартов, 1975. – 336 с.

322. Корн, Г. Справочник по математике / Г. Корн, Т. Корн. – М. : Наука, 1977. – 832 с.

323. Мудров, А.Е.Численные методы для ПЭВМ на языках Бейсик, Фортран и Паскаль / А.Е. Мудров. – Томск : МП «Раско», 1991. – 272 с.

324. Фарзане, Н.Г. Технологические измерения и приборы / Н.Г. Фарзане, Л.В. Илясов, А.Ю. Азим-заде. – М. : Высш. шк., 1989. – 456 с.

325. Завьялов, Ю.С. Методы сплайн-функции / Ю.С. Завьялов, Б.И. Квасов, В.Л. Мирошниченко. – М. : Наука, 1980. – 352 с.

326. Герасимов, Б.И. Микропроцессорные аналитические приборы / Б.И. Герасимов, Е.И. Глинкин. – М. : Машиностроение, 1989. – 248 с.

327. Статистические методы для ЭВМ / под ред. К. Энслейна, Э. Рэлстона, Г.С. Уилфа. – М. : Наука, 1986. – 464 с.

328. Львовский, Е.Н. Статистические методы построения эмпирических формул / Е.Н. Львовский. – М. : Высш. шк., 1988. – 239 с.

329. Сухарев, А.Г. Курс методов оптимизации / А.Г. Сухарев, А.В. Тимохов, В.В. Федоров. – М. : Наука, 1986. – 328 с.

330. Васильев, Ф.П. Численные методы решения экстремальных задач / Ф.П. Васильев. – М. : Наука, 1998. – 552 с.

331. Трауб, Дж. Общая теория оптимальных алгоритмов / Дж. Трауб, Х. Вожьняковский. – М. : Мир, 1983. – 384 с.

332. Абраменкова, И.В. Экспресс-алгоритм прогнозирования катастроф / А.В. Абраменкова, В.В. Круглов // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. – 2006. – № 1. – С. 5 – 7.

333. Дремин, И.М. Вейвлеты и их использование / И.М. Дремин, О.В. Иванов, В.А. Нечитайло // Успехи физических наук. – 2001. – Т. 171, № 5.

334. Дьяконов, В.П. Вайвлеты. От теории к практике / В.П. Дьяконов. – М. : СОЛОН-Р, 2002.

335. Роботизированный контролер теплофизических характеристик твердых материалов / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, Е.И. Глинкин, В.Н. Чернышов // Тезисы докл. III Всесоюзн. науч. конф. – Челябинск, 1983. – С. 22.

336. Майникова, Н.Ф. Экспериментальное исследование структурных изменений в композиционных материалах / Н.Ф. Майникова, А.П. Пудовкин // Математическое моделирование и оптимизация систем переменной структуры : межвуз. сб. науч. тр. – М. : Моск. ин-т хим. машиностр., 1989. – С. 151–155.

337. Майникова, Н.Ф. Метод неразрушающего контроля комплекса характеристик композитов / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев // Полимерные композиты–90. – Л., 1990. – Ч. 2. – С. 79 – 82.

338. Моделирование процесса теплопереноса от импульсного линейного источника тепла при теплофизических измерениях / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 1995. – Т. 8, № 2. – С. 182 – 189.

339. Метод неразрушающего контроля теплофизических свойств композиционных полимерных материалов / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.П. Пудовкин, И.В. Рогов // Оптические, радиоволновые, тепловые методы и средства контроля природной среды, материалов и промышленных изделий : тр. VII Междунар. конф. – Череповец, 1997. – С. 95 – 98.

340. Метод, устройство и автоматизированная система неразрушающего контроля теплофизических свойств композитов / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.П. Пудовкин // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 1997. – Т. 3, № 4. – С. 406 – 415.

341. Микропроцессорный термоанализатор комплекса свойств композиционных полимерных материалов / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.Н. Ермохин, А.П. Пудовкин // Труды ТГТУ. – 1997, Тамбов. – С. 179 – 184.

342. Метод и автоматизированная система неразрушающего контроля теплофизических свойств полимеров / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, И.В. Рогов, А.П. Пудовкин // Системные проблемы надежности, математического моделирования и информационных технологий : тр. Междунар. конф. – М., 1998. – С. 3 – 5.

343. Модифицирование абразивного корундового инструмента поверхностно-активными веществами / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, И.В. Рогов, А.А. Балашов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 1998. – Т. 4, № 1. – С. 91 – 97.

344. Майникова, Н.Ф. Модифицирование абразивного инструмента с целью снижения уровня теплообразования при шлифовании / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, А.О. Овсянников // Труды ТГТУ (к 40-летию ТГТУ) : сб. научных статей / ТГТУ. – Тамбов, 1998. – Вып. 2. – С. 252 – 254.

345. Майникова, Н.Ф. Теплофизические свойства композитов строительного назначения / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов // Труды II Рос. нац. конф. по теплообмену. – Т. 8. – М. : Изд-во МЭИ, 1998. – С. 121–122.

346. Майникова, Н.Ф. Снижение теплонапряженности процесса шлифования импрегнированием абразивного инструмента / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.А. Балашов // Новое в теплофизических свойствах : тр. III Междунар. теплофиз. шк. / ТГТУ. – Тамбов, 1998. – С. 55–56.

347. Майникова, Н.Ф. Исследование уровня теплообразования при шлифовании / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, И.В. Рогов // Труды II Рос. нац. конф. по теплообмену. – М. : Издательство МЭИ, 1998. – Т. 8. – С. 123–124.

348. Об одном методе исследования теплофизических свойств полимеров / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.П. Пудовкин, И.В. Рогов // Труды ТГТУ. – Тамбов, 1998. – Ч. 1. – С. 107 – 109.

349. Майникова, Н.Ф. Компьютерная система экспресс-контроля свойств композитов / Н.Ф. Майникова Н.П. Жуков, И.В. Рогов // Компьютер-

ные технологии в науке, проектировании и производстве : тр. I Всерос. науч.техн. конф. – Н. Новгород, 1999. – Ч. XV. – С. 20–21.

350. Майникова, Н.Ф. Способ комплексного определения теплофизических свойств материалов / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, И.В. Рогов // IV науч. конф. ТГТУ. – Тамбов, 1999. – С. 133.

351. Исследование структурных превращений полимеров термическими методами / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, С.В. Балашов, А.А. Балашов // IV науч. конф. ТГТУ. – Тамбов, 1999. – С. 134 – 135.

352. Майникова, Н.Ф. Моделирование процесса теплопереноса от плоского источника тепла при теплофизических измерениях / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 1999. – Т. 5, № 4. – С. 543 – 553.

353. Майникова, Н.Ф. Исследование теплофизических свойств композитов строительного назначения / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, З.М. Селиванова // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 1999. – Т. 5, № 2. – С. 285 – 289.

354. Майникова, Н.Ф. Неразрушающий контроль свойств композиционных материалов тепловыми методами / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.А. Балашов // Труды ТГТУ. – Тамбов, 1999. – Вып. 4. – С. 155 – 159.

355. Микропроцессорная система неразрушающего контроля теплофизических свойств и оценки структурных переходов в полимерах / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.А Балашов, А.П. Пудовкин // Информационные технологии в проектировании микропроцессорных систем : тр. Междунар. конф. – Тамбов, 2000. – С. 86 – 89.

356. Майникова, Н.Ф. Использование компьютерной системы для исследования полиморфных превращений в политетрофторэтилене / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, Л.Л. Шабалина // Компьютерные технологии в науке, производстве : материалы Междунар. конф. – Ч. 5. – Новочеркасск, 2000. – С. 18–19.

357. Майникова, Н.Ф. Использование компьютерной системы для исследований температурных зависимостей теплофизических характеристик материалов / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.А. Балашов // Компьютерные технологии в науке, производстве : материалы Междунар. конф. – Ч. 5. – Новочеркасск, 2000. – С. 19–20.

358. Maynikova, N.F. Multimodel Method of Non-Destructive Control of Thermophysical Characteristics of Solid Materials / N.F. Maynikova, N.P. Zukov, I.V. Rogov // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2000. – Т. 6, № 2. – С. 192 – 200.

359. Майникова, Н.Ф. Анализ погрешностей многомодельного метода измерения теплофизических характеристик композитов. Ч. 1: Оценка случайных погрешностей / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2000. – Т. 6, № 3. – С. 416 – 424.

360. Жуков, Н.П. Анализ погрешностей многомодельного метода измерения теплофизических характеристик композитов. Ч. 2: Оценка систематической погрешности / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2000. – Т. 6, № 4. – С. 562 – 571.

361. Майникова, Н.Ф. Микропроцессорная система для исследования температурных зависимостей теплофизических характеристик материалов / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.А. Балашов // Теория, методы и средства измерений, контроля и диагностики : тезисы докл. Междунар. конф. – Новочеркасск : ЮРГТУ, 2000. – Ч. 2. – С. 13–14.

362. Майникова, Н.Ф. Использование компьютерной системы для исследования температурных зависимостей теплофизических свойств полимерно-керамических материалов / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.А. Балашов // Компьютерные технологии в науке, производстве, социальных и экономических процессах : Междунар. конф. – Новочеркасск, 2001. – С. 10 – 12.

363. Майникова, Н.Ф. Способ неразрушающего контроля структурных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // Труды VI науч. конф. ТГТУ. – Тамбов, 2001. – С. 198.

364. Майникова, Н.Ф. Неразрушающий теплофизический метод контроля качества импрегнированного абразивного инструмента / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // Теория, методы и средства измерений, контроля и диагностики : II Междунар. конф. – Новочеркасск, 2001. – Т. 1. – С. 47–48.

365. Майникова, Н.Ф. Неразрушающий контроль физико-механических характеристик композиционных материалов / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.А. Балашов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2001. – Т. 7, № 3. – С. 391 – 393.

366. Майникова, Н.Ф. Измерительно-вычислительная система для контроля теплофизических свойств и структурных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.А. Балашов // Теплофизические измерения в XXI веке : тр. IV Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2001. – С. 44–45.

367. Измерительно-вычислительная система для исследования температурных зависимостей теплопроводности и теплоемкости материалов / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, В.И. Ляшков, С.В. Балашов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2001. – Т. 7, № 1. – С. 35 – 44.

368. Измерительно-вычислительная система для регистрации температурных зависимостей теплопроводности и теплоемкости материалов / Ю.Л. Муромцев, В.И. Ляшков, Н.Ф. Майникова, С.В. Балашов // Заводская лаборатория. – 2001. – № 8, Т. 67. – С. 35 – 37

369. Некорректно поставленные задачи при неразрушающем контроле теплофизических характеристик материалов / Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, Н.Ф. Майникова, И. В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2001. – Т. 7, № 4. – С. 524 – 533.

370. Многомодельные методы в микропроцессорных системах неразрушающего контроля теплофизических характеристик материалов / С.В. Мищенко, Ю.Л. Муромцев, Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов ; под ред. С.В. Мищенко. – Тамбов : ТГТУ, 2001. – 112 с.

371. Использование компьютерной системы для исследования структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.С. Чех, С.С. Никулин // Материалы II Междунар. науч.-практ. конф. В 6 ч. – Новочеркасск, 2001. – Ч. 3. – С. 37 – 39.

372. Майникова, Н.Ф. Об одном методе термического анализа для неразрушающего контроля теплофизических свойств полимеров / Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, А.А. Балашов // Пластические массы. – 2001. – № 2. – С. 30 – 33.

373. Майникова, Н.Ф. Неразрушающий теплофизический метод контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов // Теория, методы и средства измерений, контроля и диагностики : Междунар. конф. – Новочеркасск, 2001. – Ч. 1. – С. 49 – 51.

374. Maynikova, N.F. Non-Destructive control of physical and mechanical characteristics of composite materials / N.F. Maynikova, I.V. Rogov, A.A. Balashov // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2001. – Т. 7, № 3. – С. 391 – 393.

375. Майникова, Н.Ф. Определение температурных зависимостей теплофизических характеристик импрегнированных шлифовальных инструментов / Н.Ф. Майникова, А.В. Чурилин, С.В. Балашов // Теплофизические измерения в начале XXI века : тр. IV Междунар. теплофиз. шк., ТГТУ. – Тамбов, 2001. – С. 110 – 112.

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

377. 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.

378. Майникова, Н.Ф. Об одном методе термического анализа полимеров / Н.Ф. Майникова // VII науч. конф. ТГТУ : тез. докл. – Тамбов, 2002. – С. 139–140.

379. Определение теплофизических свойств материалов неразрушающим способом / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. 2002. – Т. 8, № 1. – С. 54 – 61.

380. Теплофизический метод контроля структурных превращений в полимерах / С.В. Мищенко, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, Н.П. Жуков // III Рос. нац. конф. по теплообмену. – М., 2002. – Т. 7. – С. 196 – 199.

381. Определение закона движения границы фазового перехода в полимерном материале неразрушающим способом / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов, С.С. Никулин // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : Х Междунар. науч. конф. – М. : Приборостроение, 2007. – С. 53 – 56. 382. Жуков, Н.П. Моделирование процесса теплопереноса при теплофизических измерениях / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2002. – Т. 8, № 2. – С. 182 – 190.

383. Измерительно-вычислительная система для исследования структурных превращений в полимерах / С.В. Мищенко, Ю.Л. Муромцев, Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. V Междунар. конф. – М., 2002. – С. 136 – 140.

384. Измерительно-вычислительный комплекс для исследования структурных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, П. Латцель, Р. Циммерманн // Математические методы в технике и технологиях : тр. XV Междунар. конф. – Тамбов, 2002. – Т. 7. – С. 122 – 125.

385. Майникова, Н.Ф. Распределение температурного поля в полуограниченном теле от источника тепла постоянной мощности / Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин, А.С. Чех // Труды III Рос. нац. конф. по теплообмену. – М., 2002. – Т. 7. – С. 181 – 183.

386. Майникова, Н.Ф. Об одном методе исследования твердофазных переходов в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, Н.П. Жуков // Пластические массы. – 2002. – № 6. – С. 23 – 26.

387. Майникова, Н.Ф. Моделирование информационно-измерительной системы контроля твердофазных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех // Математические методы в технике и технологиях : тр. XV Междунар. конф. – Тамбов, 2002. – Т. 7. – С. 130 – 132.

388. Жуков, Н.П. Анализ погрешностей измерения теплофизических характеристик материалов при тепловом воздействии от линейного источника. Ч. 1: Оценка случайных погрешностей / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2002. – Т. 8, № 4. – С. 565 – 568.

389. Жуков, Н.П. Анализ погрешности измерения теплофизических характеристик материалов при импульсном тепловом воздействии от линейного источника. Ч. 2: Оценка систематических погрешностей / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2003. – Т. 9, № 1. – С. 6 – 12.

390. Майникова, Н.Ф. Определение закона движения границы фазового перехода / Н.Ф. Майникова // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : тр. VI Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2007. – Ч. 1. – С. 100 – 104.

391. Майникова, Н.Ф. Многомодельный метод неразрушающего теплофизического контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2003. – Т. 9, № 2. Рубрика 01. Препринт № 07. – 36 с.

392. Многомодельный метод неразрушающего теплофизического контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2003. – Т. 9, № 2. – С. 196 – 198.

393. Жуков, Н.П. Измерительно-вычислительная система для теплофизического контроля / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. VI Междунар. конф. – М., 2003. – С. 76 – 82.

394. Чех, А.С. Многомодельный метод для теплофизического контроля / А.С. Чех, Н.Ф. Майникова // Труды ТГТУ. – 2003. – Вып. 13. – С. 158 – 162.

395. Многомодельные методы в микропроцессорных системах контроля теплофизических характеристик материалов / Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, Н.Ф. Майникова, А.С. Чех // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. VI Междунар. конф. – М., 2003. – С. 83 – 89.

396. Майникова, Н.Ф. Распределение температуры от действия источника тепла постоянной мощности / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех // Проблемы газодинамики и тепломассообмена в энергетических установках. – М. : Изд-во МЭИ, 2003. – С. 413 – 417.

397. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система теплофизического неразрушающего контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех // Информационные системы и процессы : сб. науч. тр. – Тамбов; Москва; Баку; Вена : Изд-во «Нобелистика», 2003. – Вып. 1. – С. 175 – 180.

398. О термических сопротивлениях при неразрушающем контроле теплофизических характеристик материалов / Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2004. – Т. 10, Юбилейный, № 1А. – С. 43 – 46.

399. Программно-аппаратные средства измерительно-вычислительной системы теплофизического контроля / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, С.С. Никулин // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : VI Междунар. науч. конф. – М. : Приборостроение, 2004. – С. 53 – 56.

400. Жуков, Н.П. Многомодельные методы и средства неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов и изделий / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова. М.: Машиностроение-1, 2004. – 288 с.

401. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система теплофизического контроля полимерных материалов / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, Ю.Л. Муромцев // Информационные системы и процессы : сб. науч. тр. – М. : Изд-во «Нобелистика», 2004. – Вып. 2. – С. 150 – 153.

402. Майникова, Н.Ф. Об одном решении краевой задачи теплопроводности / Н.Ф. Майникова // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : V Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2004. – Ч. 1. – С. 216 – 220.

403. Майникова, Н.Ф. Методика теплофизического контроля полимерных материалов / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех, С.С. Никулин // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : тр. V Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2004. – Ч. 1. – С. 255 – 257.

404. Майникова, Н.Ф. О решении одной краевой задачи теплопроводности / Н.Ф. Майникова // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. VII Междунар. конф. – М., 2004. – С. 138 – 141.

405. Майникова, Н.Ф. Программно-аппаратные средства информационно-измерительной системы теплофизического контроля / Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : тр. V Междунар. теплофиз. шк. – Тамбов, 2004. – Ч. 2. – С. 16 – 20.

406. Майникова, Н.Ф. Моделирование процесса теплопереноса от плоского источника тепла постоянной мощности при неразрушающем теплофизическом контроле / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // № 511-В2004, Б.У. ВИНИТИ «Депонированные работы», 2004. – № 6. – 9 с.

407. Майникова, Н.Ф. Статистическая обработка результатов неразрушающего контроля теплофизических свойств полимеров / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // № 657-В2004, Б.У. ВИНИТИ «Депонированные работы», 2004. – № 6. – 21 с.

408. Майникова, Н.Ф. Статистическая обработка результатов неразрушающего контроля температурно-временных характеристик структурных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // № 658-В2004, Б.У. ВИНИТИ «Депонированные работы», 2004. – № 6. – 14 с.

409. Жуков, Н.П. Моделирование процесса теплопереноса от плоского источника тепла постоянной мощности при теплофизических измерениях / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова // Инженерно-физический журнал. – 2005. – Т. 78, № 6. – С. 56 – 63.

410. Майникова, Н.Ф. Измерительно-вычислительная система неразрушающего теплофизического контроля / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков // Приборы и техника эксперимента. – 2005. – № 2. – С. 153 – 154.

411. Жуков, Н.П. Измерительно-вычислительная система неразрушающего контроля теплофизических свойств / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова // Приборы и техника эксперимента. – 2005. – № 3. – С. 164 – 166.

412. Майникова, Н.Ф. Математическое моделирование процесса теплопереноса в методе теплофизического контроля / Н.Ф. Майникова, А.С. Чех, Н.П. Жуков // Проблемы газодинамики и тепломассообмена в энергетических установках. – М. : Изд-во МЭИ, 2005. – Т. 1. – С. 398 – 401.

413. Мищенко, С.В. Метод неразрушающего контроля структурных превращений в полимерных материалах / С.В. Мищенко, Н.Ф. Майникова // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2005. – Т. 11, № 1А. – С. 69 – 75.

414. Майникова, Н.Ф. Метод неразрушающего контроля структурных переходов в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин // Труды XI Рос. конф. по теплофизическим свойствам веществ. – СПб., 2005.

415. Экспресс-метод неразрушающего контроля релаксационных переходов в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, Н.П. Жуков, А.С. Чех, С.С. Никулин // Труды ТГТУ. – Тамбов, 2005. – Вып. 17. – С. 155 – 160. 416. Mishenko, S.V. Measuring System Realizing Termalphysic Method of Nondestructive Check of Structural Transitions in Polymeric Materials / S.V. Mishenko, N.F. Maynikova // Abstracts IV-th international conference «Problems of industrial heat engineering». – Kyiv, Ukraine, 2005. – P. 298–299.

417. Майникова, Н.Ф. Измерительная система, реализующая теплофизический метод неразрушающего контроля структурных переходов в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова, С.В. Мищенко // Проблемы промышленной теплотехники : тез. докл. IV Междунар. конф. – Киев, 2005. – С. 351–352.

418. Майникова, Н.Ф. Измерительная система и метод неразрушающего контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. – 2006. – № 1. – С. 56 – 61.

419. Майникова, Н.Ф. Измерительная система неразрушающего контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.Ф. Майникова // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. – 2006. – № 9. – С. 45 – 48.

420. Метод неразрушающего теплофизического контроля структурных превращений в полимерных материалах / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. IX Междунар. конф. – М., 2006. – С. 67 – 71.

421. Майникова, Н.Ф. Информационно-измерительная система для неразрушающего теплофизического контроля материалов / Н.Ф. Майникова // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. IX Междунар. конф. – М., 2006. – С. 133 – 136.

422. Многомодельный подход к разработке метода неразрушающего контроля структурных превращений в полимерах / Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, С.С. Никулин // Фундаментальные и прикладные проблемы приборостроения : тр. IX Междунар. конф. – М., 2006. – С. 137 – 141.

423. Майникова, Н.Ф. Математическая модель нестационарного процесса теплопереноса в системе двух полуограниченных тел / Н.Ф. Майникова, С.С. Никулин, А.С. Чех // Труды IV Рос. нац. конф. по теплообмену. – М., 2006. – Т. 7. – С. 222 – 225.

424. Майникова, Н.Ф. Метод контроля температурных характеристик структурных переходов в полимерных материалах / Труды IV Рос. нац. конф. по теплообмену. – М., 2006. – Т. 7. – С. 276 – 279.

425. Определение условий адекватности модели распределения тепла в плоском полупространстве реальному процессу при теплофизическом контроле / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, А.А. Балашов, С.С. Никулин // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2006. – Т. 12, № 3А. – С. 610 – 616.

426. Пат. 2161301 РФ, G 01 N 25/18. Способ неразрушающего определения теплофизических свойств материалов / Жуков Н.П., Муромцев Ю.Л., Майникова Н.Ф., Рогов И.В., Балашов А.А. № 99104568 ; заявл. 03.03.1999 ; опубл. 27.12.2000, Бюл № 36. 427. Пат. 2167412 РФ, G 01 N 25/18. Способ комплексного определения теплофизических свойств материалов / Жуков Н.П., Майникова Н.Ф., Муромцев Ю.Л., Рогов И.В. № 99103718 ; заявл. 22.02.1999 ; опубл. 20.05.2001, Бюл. № 14.

428. Пат. 2 287 152 РФ, G 01 N 25/18. Способ неразрушающего определения теплофизических свойств твердых материалов / Жуков Н.П., Майникова Н.Ф., Чех А.С., Никулин С.С. № 2005114237; заявл. 11.05.2005; опубл. 10.11.2006, Бюл № 31.

429. Свидетельство об официальной регистрации программы. – № 2003610580. Определение тепловой активности / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, А.С. Чех, А.А. Балашов.

430. Свидетельство об официальной регистрации программы. – № 2003610931. Определение ТФХ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех.

431. Свидетельство об официальной регистрации программы. – № 2003610932. Регистрация аномалий тепловой активности материалов / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, А.С. Чех, А.А. Балашов.

432. Свидетельство об официальной регистрации программы. – № 2003611204. Регистрация аномалий ТФХ / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, Ю.Л. Муромцев, А.С. Чех.

433. Свидетельство об официальной регистрации программы. – № 2006612383. Построение термограмм в методе неразрушающего теплофизического контроля / Н.П. Жуков, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов С.С. Никулин.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ОСНОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ И АББРЕВИАТУРА	3
ВВЕДЕНИЕ	5
Глава 1. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ	
СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ	
В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ	7
1.1. Структура полимеров. Структурные превращения в полимерных материалах	7
1.2. Методы исследования структуры и структурных превращений в полимерных материалах. Сравни-	
тельный анализ методов	15
1.3. Методы и средства контроля температурозависимых теплофизических характеристик материалов	27
1.3.1. Методы контроля теплофизических	
характеристик материалов	27
 1.3.2. Автоматизированные установки, приборы и информационно-измерительные системы 	
теплофизического контроля	37
1.4. Современные аналитические методы решения	
краевых задач нестационарной теплопроводности	
в областях с движущимися границами	43
Выводы	49
Глава 2. ОСНОВЫ ТЕОРИИ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ	
ТЕПЛОВЫХ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО	
КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ	
ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНЫХ	
ПРЕВРАЩЕНИИ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ	50
2.1. Известные подходы к обработке	
экспериментальных данных при неразрушающем	
контроле температурозависимых теплофизических свойств	50
2.2. Исходные предпосылки применения теории	
многомодельных тепловых методов при	
неразрушающем контроле структурных	
превращений в полимерах	52
2.3. Основные положения многомодельных тепловых методов	55
Выводы	60

Глава 3.	ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОБОСНОВАНИЯ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ	62
	3.1. Теоретические основы построения математических моделей нестационарного процесса теплопереноса при нагреве и остывании	62
	процесса теплопереноса для измерительной схемы с одним термоприемником	62
	 3.1.2. Математическая модель распространения тепла в плоском полупространстве 3.1.3. Математическая модель распространения 	69
	тепла в сферическом полупространстве 3.1.4. Математические модели нестационарного	71
	процесса теплопереноса для измерительной схемы с несколькими термоприемниками	78
	3.2. Закономерности развития процесса теплопереноса с учетом множества состояния функционирования тепловой системы	87
	3.3. Теоретические основы метода определения закона движения границы фазового перехода	93
Глава 4.	Выводы РАСЧЕТНЫЕ ВЫРАЖЕНИЯ И ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЛИНИ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ	101
	ОПЕРАЦИИ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МНОГОМОДЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ	102
	4.1. Расчетные зависимости, реализуемые при неразрушающем контроле структурных преврашений по молели плоского полупространства	102
	 4.2. Расчетные выражения, используемые при реализации метода неразрушающего теплофизического контроля структурных превращений в полимерных материалах по модели 	10-
	сферического полупространства 4.2.1. Стадия нагрева 4.2.2. Стадия остывания	104 104 107
		317

	4.3. Основные операции при реализации метода	
	неразрушающего контроля структурных	
	превращений в полимерных материалах	108
	4.4. Оценка адекватности математических моделей	
	плоского и сферического полупространств	
	реальным тепловым процессам	109
	4.4.1. Модель плоского полупространства	109
	4.4.2. Модель сферического полупространства.	
	Стадия нагрева	115
	4.4.3. Модель сферического полупространства.	
	Стадия остывания	121
	4.5. Расчетные зависимости, реализуемые ИИС	
	при НК структурных превращений в ПМ по методу,	
	основанному на регистрации скорости изменения	
	температуры	130
	4.6. Алгоритмы определения рабочих участков	
	экспериментальных термограмм и оценки	
	параметров математических моделей	131
	4.7. Оценка погрешности определения теплофизических	
	свойств ПМ по рабочим участкам термограмм вне	
	зоны структурного перехода	137
	4.7.1. Случайные составляющие погрешности	137
	4.7.2. Систематические составляющие погрешности	142
	Выводы	149
Глава 5.	ИМИТАЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА	
	ТЕПЛОПЕРЕНОСА В МЕТОДАХ	
	НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ	
	СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ	150
	5.1. Имитационное исследование процесса	
	теплопереноса по модели плоского	
	полупространства	150
	5.2. Имитационное исследование процесса	
	теплопереноса по модели сферического	
	полупространства	175
	Выводы	184
Глава 6.	ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ	
	СИСТЕМА НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ	
	СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ	
	В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ	185
	6.1. Состав информационно-измерительной системы	185

6.2. Калибровка информационно-измерительной	102
системы	193
6.3. Алгоритм контроля за ходом эксперимента и	104
оораоотка экспериментальных данных	194
Выводы	196
Глава 7. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА	
Η ΑΣΙ ΑΒΟΤΑΠΠΒΙΑ ΜΕΤΟΔΟΒ Η ΕΡΑΖΡΥΠΙΑΙΩΠΙΕΓΟ ΚΌΗΤΡΟ ΤΩ	
СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАШЕНИЙ В ПОЛИМЕРАХ	197
7.1. Объекты теплофизических испытаний	197
7.2 Нерезрушеновный контроль структурных нерезонов	177
7.2. Перазрушающий контроль структурных переходов	
в политерных материалах по модели плоского	203
	205
7.2.1. Определение температурно-временных	
аномациям тепловой активности полимеров с	
постом температуры	203
7.2.2. Неразрушающий контроль структурных	205
переходов в полимерных материалах	
по молели плоского полупространства без	
провеления калибровочных экспериментов	208
723 Исспедование репаксационных переходов в	
полимерных материалах по молели плоского	
полупространства	219
7 3 Контроль температурно-временных характеристик	
структурных превращений в полимерных материалах	
по модели сферического полупространства	222
7.4. Неразрушающий контроль структурных перехолов	
в полимерных материалах по изменениям скорости	
нагрева или остывания	253
7.5. Определение закона движения границы фазового	
перехода. Пример реализации метода	272
7.6. Метрологическая оценка погрешностей и их	
характеристик при неразрушающем контроле	
структурных превращений в полимерах	275
Выводы	281
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	283
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	285

Научное издание

МАЙНИКОВА Нина Филипповна, МИЩЕНКО Сергей Владимирович, ЖУКОВ Николай Павлович, РОГОВ Иван Владимирович

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА НЕРАЗРУШАЮЩЕГО ТЕПЛОВОГО КОНТРОЛЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Монография

Редактор Е.С. Мордасова Инженер по компьютерному макетированию М.Н. Рыжкова

Подписано в печать 26.12.2012 Формат 60 × 84/16. 18,6 усл. печ. л. Тираж 100 экз. Заказ № 652

Издательско-полиграфический центр ФГБОУ ВПО «ТГТУ» 392000, г. Тамбов, ул. Советская, д. 106, к. 14