## 07;12 Фототермокапиллярный метод обнаружения инородных включений в твердом теле под лакокрасочным покрытием

## © Б.А. Безуглый, А.Ю. Зыков, С.В. Семенов

Тюменский государственный университет E-mail: bezuglyi@utmn.ru

## Поступило в Редакцию 4 февраля 2008 г.

Показана возможность применения термокапиллярного эффекта, индуцированного пучком лазера в тонком слое силиконового масла на горизонтальной поверхности исследуемого образца для обнаружения скрытых под лакокрасочным покрытием инородных включений в виде цилиндрических втулок.

PACS: 47.55.dm, 81.70.Fy

Фототермические (ФТ) методы начали развиваться как новое направление в спектроскопии [1–3], но вскоре нашли успешное применение в исследовании теплофизических (ТФ) свойств материалов [2–5], а также в неразрушающем контроле [5]. В настоящее время освоены практически все ФТ-эффекты: фотоакустический [1–3], фототерморефракция [3], фототерморадиометрия [6], фототерморефлектанс [7] и фототермокалориметрия [3]. Однако в литературе отсутствуют сведения о разработке какого-либо ФТ-метода исследования, основанного на фототермокапиллярном (ФТК) эффекте.

В данной работе показана возможность применения ФТК-эффекта для обнаружения инородных включений в твердых телах под лакокрасочным покрытием. В эксперименте использовали двулучевую установку [8] (рис. 1), оснастив ее микрометром для горизонтального перемещения образца. Пучок накачки лазера 1 (Мощность P = 21.8 mW, длина волны  $\lambda = 632.8$  nm, диаметры 2w = 2.5 mm и  $2w^* = 0.5$  mm, ГН-25-1) через аттенюатор 2 и затвор 3, отражаясь от зеркала 4, попадает на слой силиконового масла 16 (PMS-5, поверхностное натяжение  $\sigma = 19.7$  mN/m,  $d\sigma/dT = 0.08$  mN/m · K, теплопроводность k = 0.13-0.17 W/m · K, толщина слоя  $h_l = 300-690 \,\mu$ m) в кювете 19

38



Рис. 1. Экспериментальная установка.

на пленке черного цапонлака 12 ( нитроцеллюлоза, толщина пленки  $h_c = 60 \,\mu$ m,  $k = 0.23 \,\text{W/m} \cdot \text{K}$ , плотность  $\rho = (1.17 \pm 0.07) \,\text{g/cm}^3$ ), закрывающей включение 14. Толщину слоя выставляли колиброванной проволокой 15. Пробный пучок лазера 5 мощность ( $P_r = 0.3 \,\text{mW}$ ,  $\lambda = 632.8 \,\text{nm}, 2w = 5 \,\text{nm}, \Gamma\text{H-3-1}$ ), расширенный сферическим зеркалом 6, зеркалом 7 направляется на термокапиллярное (TK) углубление слоя масла 16 и, отражаясь от его поверхности, зеркалом 8 направляется на экран 9, на котором формируется TK-сигнал. Расстояние от слоя жидкости до экрана — 2.89 m. Система из сосуда со сплавом Вуда 18, стеклянного диска 20 и массивного основания 21, с боку которого прикреплен микрометр 17, служит для выставления горизонтальности. Расплав после затвердевания образует идеально горизонтальную поверхность. Крышка 13 с отверстием для пучков защищала кювету от пыли.

Инородные включения моделировали втулками из нетеплопроводного материала, внедренными в термически "полубесконечный" обра-

зец из теплопроводного материала и наоборот. Образцы делали из доступных материалов с максимальным различием теплопроводности. В качестве теплопроводного материала брали медь ( $k_m = 400 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ ), а нетеплопроводного — эбонит ( $k_e = 0.16 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ ). Образцом служило дно измерительной кюветы с внешним диаметром 58 mm (эбонит) и 50 mm (дюраль, из-за отсутствия медного прутка подходящего диаметра). Втулки одинакового размера (d = 2.2 mm, l = 14 mm) были вклеены в кюветы заподлицо с поверхностью дна с помощью эпоксидного клея ( $k = 0.17 - 0.19 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ ). Для упрощения поиска втулок, диаметр которых был близок диаметру пучка накачки 2w = 2.5 mm, их размещали в центре кюветы. Фокусировка пучка до  $2w^* = 0.5 \text{ mm}$  позволяет оценить перспективу повышения амплитуды сканирования за счет уменьшения его размера.

Диаметр пучка накачки оценивали следующим способом. Между линзой (с фокусным расстоянием 30 mm) и упором измерительной головки ваттметра помещали алюминиевую фольгу толщиной 20 µm, с набором отверстий диаметром от 500 до 3000 µm, с шагом 500 µm. Во избежание разрывов фольги при сверлении ее зажимали между двумя пластинами из текстолита. Фольгу помещали в фокальной плоскости линзы так, чтобы через ее отверстие проходил сфокусированный пучок накачки. Головку ваттметра помещали на некотором расстоянии от фокальной плоскости так, чтобы его показания для расходящегося пучка практически не отличались от показаний для сфокусированного. Перемещая фольгу, добивались максимума показания ваттметра при данном диаметре отверстия. Это значение, P<sub>hole</sub> сравнивали с показанием ваттметра в отсутствие фольги P<sub>0</sub>. Если P<sub>hole</sub> < P<sub>0</sub>, то сфокусированный пучок пропускали через отверстие с диаметром, большим, чем диаметр предыдущего. Для отверстия диаметром 500  $\mu$ m  $P_{hole}/P_0 \approx 98\%$ . Это дает право сделать вывод, что диаметр сфокусированного пучка не превышает 500 µm. Оценка диаметра несфокусированного пучка тем же методом дает 2500 μm.

Перед сканированием определяли также оптимальную мощность пучка накачки и толщину ТК-слоя. Для этого получили динамические характеристики ТК-слоя разной толщины на эбонитовой подложке (рис. 2). При  $h_l = 540 \,\mu$ m ФТК-сигнал зависит от мощности линейно. Такая толщина слоя подходит для точных измерений. Однако было замечено, что при наличии в подложке сильной термической неоднородности ФТК-сигнал с такой толщиной слоя по невыясненным пока



**Рис. 2.** Семейство динамических характеристик ТК-слоя разной толщины  $h_l$  для эбонитовой полубесконечной подложки. 2w = 2.5 mm, диаметр пучка накачки (светлые маркеры);  $2w^* = 0.5$  mm, диаметр сфокусированного пучка накачки (темные маркеры).

причинами становится неустойчивым. Кроме этого, более толстым слоям присущи еще и такие недостатки, как низкая чувствительность к пучку накачки и высокая чувствительность к механическим вибрациям в помещении. Поэтому вместо линейного  $h_l = 540 \,\mu\text{m}$  слоя мы выбрали квазилинейный  $h_l = 430 \,\mu\text{m}$  слой.

Основным преимуществом тонких слоев является их высокая чувствительность. Причем ФТК-сигнал с увеличением мощности растет нелинейно, что выгодно при поиске неоднородностей в материалах с малой теплопроводностью. Следует иметь в виду, что в тонких слоях при больших мощностях пучка накачки возможен ТК-разрыв слоя и, кроме того, время установления сигнала становится большим (до 5 min).

Уже при P = 5.5 mW сигнал ТК-слоя толщиной  $h = 300 \,\mu$ m на эбоните превышал диаметр 700 mm. В этом случае его внешняя граница становится трудно различимой на фоне рассеянного света лаборатории, что затрудняет измерения. Поэтому было решено ограничиться диаметром сигнала 600 mm, что соответствует P = 4.9 mW. Именно такую



**Рис. 3.** Зависимость ФТК сигнала от положения пятна пучка накачки при сканировании инородных включений, где *P* — мощность пучка накачки. Пустой маркер — эбонитовая втулка, а сплошной — медная, *r<sub>b</sub>* — радиальная координата границы втулки.

мощность пучка накачки при  $h_l = 300 \,\mu m$  выбрали для сканирования скрытой неоднородности.

Сканирование втулки производили следующим образом. Вначале кювету в контакте с микрометром устанавливали так, чтобы предполагаемое местоположение втулки находилось под пучком накачки. Далее, кювету вручную перемещали перпендикулярно оси микрометра до достижения максимального диаметра сигнала, край которого фиксировали вертикальным репером 11 (рис. 1), а горизонтальную координату его центра измеряли линейкой 10. Такую операцию последовательного перемещения (вручную и микрометром) по двум направлениям осуществляли до 8 раз с целью точного определения центра втулки по максимальному диаметру ФТК-сигнала. А медную втулку искали по минимуму диаметра ФТК-сигнала.

Результаты экспериментов (рис. 3) оказались неожиданными. Для их анализа введем ряд понятий. Назовем амплитудой A величину  $D_e - D_m$ , где  $D_e$  и  $D_m$  — сигналы от эбонита и металла соответственно. Сигнал от границы втулки обозначим  $D_b$  и определим параметр

 $b = A_b/A$ , где  $A_b = D_b - D_m$ . С точки зрения макротеплофизики можно было бы ожидать, что обратная замена материала (т.е. металл в эбоните) даст профиль, обратный первому (см. вставку рис. 3), т.е. повернутый на 180° относительно горизонтальной оси  $(D = D_b)$ . Однако обнаружился ряд нарушений ожидаемой симметрии. Во-первых, в случае, когда  $2w^* \ll d$ , b < 0.5 А. Во-вторых, диаметр ТК-отклика в центре эбонитовой втулки  $D_{e,p}$  меньше того же диаметра на полубесконечном эбоните  $D_{e,\infty}$ . А для металла  $D_{m.p} > D_{m.\infty}$ , причем  $(D_{e,\infty} - D_{e,p} \equiv \Delta D_{max}) > (D_{m.p} - D_{m.\infty} \equiv \Delta D_{min})$  вместо ожидаемого равенства  $\Delta D_{min} = \Delta D_{max} = 0$ .

Первое отклонение можно объяснить следующим образом. Пусть центр индуцирующего пучка находится на границе материалов. Если считать, что металл практически мгновенно отводит поступающую в него тепловую энергию (т.е.  $D_m \to 0$ ), то половина мощности пучка вычитается из мощности двумерного теплового источника на поверхности. При этом остаток мощности поглощается в эбоните, но дает диаметр отклика меньший, чем  $0.5D_{e,\infty}$ , так как часть мощности источника отводится еще и латеральным тепловым потоком в металл. Второе отклонение также связано с латеральными тепловыми потоками в подложке. В случае эбонитовой втулки в металле латеральный тепловой поток в подложке увеличивается по сравнению с тем же потоком в полубесконечном эбоните из-за конечных размеров втулки, т.е. увеличиваются потери мощности, поэтому  $D_{e,p} < D_{e,\infty}$ . А в случае металлической втулки в эбоните латеральный поток по тем же причинам ослабевает по сравнению с ним же в полубесконечном металле, поэтому  $D_{m.p} > D_{m.\infty}$ .

Важно заметить, что граница включения-теплоизолятора в металле (включая пустоту), соразмерного с диаметром пучка, с достаточной точностью определяется по критерию b = 0.5 А, тогда как включение-металл в теплоизоляторе вплоть до двух полубесконечных материалов металл/эбонит определяется по критерию b = 0.2A, причем с уменьшением размера пучка накачки  $b \rightarrow \alpha(1 + \alpha)$ , где  $\alpha = k_e/k_m$ .

Предлагаемый ФТК-метод основан на фотоиндуцированном ТК-эффекте, открытом Б.А. Безуглым в 1975 г. [9]. Этот метод позволяет не только обнаружить скрытые приповерхностные неоднородности, но и определить их границы, а также оценить тепловые свойства. Установка для осуществления этого метода несложна в изготовлении, He–Neлазер накачки можно заменить на полупроводниковый.

Авторы благодарят В.В. Семенова за снабжение инструментами и И.М. Рупинского в изготовлении установки и образцов.

## Список литературы

- [1] Zharov V.P., Letokhov V.S. Laser Optoacoustical Spectroschopy. Berlin: Springer, 1986.
- [2] *Białkowski S.E.* Photothermal Spectroscopy Methods for Chemical Analysis. New York: John Wiley, 1996.
- [3] *Photoacoustic*, Photothermal and Photochemical Processes / Ed P. Hess. New York: Springer, 1989.
- [4] Hartmann J., Voigt P., Reichling M. // J. Appl. Phys. 1997. V. 81 (7). P. 2966–2972.
- [5] *Almond D.P., Patel P.M.* Photothermal Science and Techniques. Berlin: Springer, 1996.
- [6] Shepard S.M. // Anti-Corrosion Methods and Materials. 1997. V. 44 (4). P. 236– 239.
- [7] Chu D., Touzelbaev M., Goodson K.E., Babin S., Pease R.F. // J. Vac. Sci. Technol. 2001. V. 19(6). P. 2874–2877.
- [8] Безуглый Б.А., Чемоданов С.И. // ЖТФ. 2005. Т. 75. В. 9. С. 136–138.
- [9] Безуглый Б.А. Канд. диссертация. М.: МГУ, 1983. 270 с.