

Черных С. Е., Костин В. Н., Комоликов Ю. И.

ТЕПЛОВОЙ НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ ПОРИСТЫХ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Аннотация. Методом теплового контроля были исследованы цилиндрические пористые диафрагмы из композита на основе оксидов циркония и алюминия. Применение методики активного двустороннего теплового контроля позволило получить результаты, показывающие возможность обнаружения производственных дефектов типа свищей и трещин, а также других поверхностных неоднородностей.

Ключевые слова: неразрушающий контроль, дефектоскопия, тепловой контроль, инфракрасная термография, температурное поле, дефект, композит, композиционные материалы, керамические пористые диафрагмы.

Abstract. Cylindrical porous diaphragms made of a composite based on zirconium and aluminum oxides were studied by the method of thermal control. The use of the active two-way control technique allowed detecting manufacturing defects such as fistulas and cracks, as well as other surface inhomogeneities.

Keywords: non-destructive testing, flaw detection, thermal testing, infrared thermography, temperature field, defect, composite, composite materials, ceramic porous diaphragms.

Введение

Пористые композитные материалы (ПКМ) широко используются при изготовлении мембран, фильтров и других разделительных перегородок в различных отраслях промышленности. Наиболее предпочтительной формой перегородок считается цилиндрическая, трубчатые фильтрующие системы используются повсеместно. При реализации некоторых электрохимических процессов используют трубчатые диафрагменные реакторы [1]. Диафрагмой в реакторах называют пористую перегородку, предназначенную для разделения продуктов электролиза, образующихся на электродах реактора. Диафрагма – одна из важнейших деталей электрохимического реактора, которая существенно влияет на энергетику процессов электролиза, а также на срок эксплуатации [2]. В большинстве электрохимических реакторов, работающих в экстремальных условиях, используют керамические микропористые диафрагмы. Также и в фильтрующих системах предпочтительно применять композитные керамические материалы. Керамические мембраны обладают рядом преимуществ, позволяющих использовать их в специфических технологических условиях, основные из которых: повышенная механическая прочность и жесткость структуры, коррозионная и термическая стойкость, стабильность рабочих характеристик при длительном использовании, возможность многократной

регенерации [3]. При использовании в фильтровальном процессе исключительным достоинством композитных керамических материалов являются возможность разделения смесей и растворов при высоких температурах. При проведении процесса в условиях высоких температур снижается вязкость разделяемой системы, и в результате увеличивается производительность. Снимается ряд проблем, возникающих при очистке и регенерации мембран. Мембраны можно промывать горячими растворителями, обрабатывать концентрированными кислотами, щелочами и др. Отработанные керамические мембраны можно регенерировать выжиганием органического осадка, проникшего в их поры. Керамические мембраны можно применять в широком диапазоне изменения рН среды. Керамические мембраны сохраняют свои свойства при нагреве до 1000 °С, способны работать под большим давлением (1–10 МПа), могут периодически подвергаться стерилизации паром при температуре 120 °С (для получения стабильно стерильного ультрафильтрата) или прокаливаться для удаления загрязнений при температуре 500 °С [3].

Основной способ получения композитных керамических мембран, фильтров (отличие в размере пор) и диафрагм для электрохимических реакторов – это формование дисперсных порошков (как правило, оксидов) с добавками гидроксидов, карбонатов, силикатов и их спекания с формированием пористой структуры. Регулируя дисперсность порошков, количество и вид добавок, контролируя способ термической обработки смеси, получают керамическое изделие с различной пористостью и проницаемостью.

В настоящее время наиболее полно разработаны методы получения керамических мембран на основе дисперсного оксида алюминия с добавками оксидов других металлов. Такие мембраны отличаются механической прочностью и термостойкостью. Они пригодны для получения композиционных мембран с использованием металлических элементов, так как их коэффициенты линейного расширения близки.

Керамические мембраны на основе порошков оксида алюминия имеют пористую структуру с размерами пор сравнительно большого диаметра (порядка 100 нм – 10 мкм) и пригодны для микрофльтрации [4]. Как правило, промышленные керамические фильтры имеют трубчатую форму.

Использование стандартных методов порошковой металлургии путем подбора керамического наполнителя соответствующего гранулометрического состава с последующим его спеканием позволяет получать пористые керамические диафрагмы для электрохимических реакторов с необходимой совокупностью свойств.

Основными требованиями, предъявляемыми к диафрагмам для электрохимических реакторов, являются максимальные прочность и пористость.

Требования к прочности возникают вследствие того, что диафрагма в электрохимическом реакторе может работать под нагрузкой и должна выдерживать перепад давления до 1,0 МПа.

Изделия из ПКМ относятся к общей группе функциональной керамики и им присущи специфические дефекты этой группы (трещины, свищи, сколы, разнотолщинность), образующиеся как при получении, так и при эксплуатации. Визуально они незаметны на поверхности изделия из ПКМ, однако их наличие приводит к серьезному ослаблению конструкции и впоследствии может стать причиной катастрофы. Важным качеством мембран для микро- и ультрафильтрации является узкое распределение пор по размерам (селективность). Обнаружение крупных неселективных пор, отверстий и трещин является одной из приоритетных задач в дефектоскопии диафрагм.

На данный момент исследование открытой пористости ПКМ возможно многими методами так, например: световой микроскопии, капиллярными, термопорометрии, жидкостной и газовой волюмометрии, заполнения пор жидкостью, гидростатического взаимодействия жидкостей, ртутной порометрии. А основными способами дефектоскопии являются: методы световой микроскопии, воздействие жидкостной или газовой среды под давлением.

Как показывает практика, традиционные методы контроля являются сложными и трудоемкими, в какой-то мере разрушающими, и, зачастую не дают полной картины дефектного состояния изделий из ПКМ, а также являются затратными.

В данной работе цилиндрические пористые диафрагмы из композита на основе оксидов циркония и алюминия исследованы методом теплового неразрушающего контроля [5]. Указанные изделия служат для разделения анодного и катодного пространства в проточных электрохимических реакторах, работают при избыточном давлении, потому любой дефект приводит к их разрушению и выходу из строя оборудования.

Образцы и методика эксперимента

Целью эксперимента было исследование дефектов в керамических трубках малого диаметра в инфракрасном диапазоне методом активного теплового неразрушающего контроля, при котором объект контроля подвергается воздействию внешнего источника тепловой энергии. Дефекты имели как искусственное, так и естественное происхождение (образовались в результате несоблюдения технологии производства указанных изделий).

Для испытаний были представлены четыре образца с дефектами из корундо-циркониевой керамики, полученной спеканием. Образцы формовали литьем

шликера в гипсовые формы. Затем сушили и спекали в муфельной печи в атмосфере воздуха при 1050-1250 °С.

Образцы имели состав (весовой, %): Al_2O_3 – 60%, ZrO_2 – 37%, Y_2O_3 – 3%.

Физические характеристики композита: плотность, $\rho = 2,8 \text{ г/см}^3$, сопротивление изгибу, $\sigma_{\text{изг}} = 40 \text{ МПа}$, пористость 40-50%, размер пор 0,1 – 5 мкм.

Размеры образцов и характеристики дефектов:

образец №1 – $\text{Ø}28 \times 2,0 \times 115 \text{ мм}$ с дефектом (естественным) в виде продольной сквозной трещины по всей длине образца;

образец №2 – $\text{Ø}29 \times 1 \times 164 \text{ мм}$ с дефектом (естественным) в виде сквозного отверстия диаметром 0,3 мм на расстоянии 15 мм от торца трубки;

образец №3 – $\text{Ø}28 \times 2,5 \times 215 \text{ мм}$ с дефектом (искусственным) в виде паза (пропила) шириной 3 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки.

образец №4 – $\text{Ø}28 \times 2,5 \times 290 \text{ мм}$ с дефектом (естественным) в виде паза (царапины) шириной 1 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки.

Процесс исследования был разбит на три этапа. На первом этапе исследовалась сама возможность информативного наблюдения исследуемых образцов из указанного материала заданной формы в инфракрасном диапазоне, а также был оценен коэффициент излучения материала представленных образцов. На втором и третьем этапе исследований для обнаружения дефектов был применен активный тепловой контроль – односторонний и двусторонний соответственно.

На первом этапе исследований необходимо было узнать, как ведет себя композитная керамика при воздействии на нее источника тепловой стимуляции для дальнейшего планирования и постановки экспериментов по тепловому контролю образцов из подобных типов керамики. На данный момент времени отсутствуют данные относительно поведения представленного для изучения типа композитной керамики в тепловом диапазоне излучения электромагнитных волн. Также целью этого этапа эксперимента было исследование излучательной способности керамических трубок малого диаметра в инфракрасном диапазоне (7-14 мкм).

В состав экспериментальной установки входил Тепловизор NEC TH7800 с разрешением матрицы 320x240 элементов. В качестве источника тепловой стимуляции применялся прожектор с галогенной лампой [6] с защитным стеклом мощностью 1 кВт на штативе.

В ходе первого этапа эксперимента произведено термографирование общего вида образцов при следующих условиях: до нагрева, под различными углами относительно поверхности расположения образцов; на начальной стадии нагрева;

в завершающей стадии нагрева; сразу после отключения источника тепловой стимуляции.

Также проведена инфракрасная съемка самого источника тепловой стимуляции, температура поверхности которого составила 155 °С. Время прогрева источника стимуляции – 2 минуты. Время теплового воздействия на образцы – 3 минуты. Температура в помещении – 24 °С. Расстояние от источника до образцов – 500 мм. Обработка и анализ полученных в ходе эксперимента термограмм проводились в программном пакете GORATEC Thermography Studio (version 5.1.0.921).

На втором этапе работы для поиска дефектов был исследован односторонний метод теплового неразрушающего контроля [6], при котором источник нагрева объекта контроля и средство регистрации теплового излучения расположены по одну сторону объекта контроля. В эксперименте был использован Тепловизор FLIR T620bx с разрешением 640x480 элементов. Источник тепловой стимуляции остался прежний, как и на первом этапе исследований.

В ходе эксперимента произведено термографирование участков образцов с дефектами при следующих условиях – до и во время нагрева образцов и при различных углах, как направления съемки, так и расположения нагревателя.

Температура поверхности источника тепловой стимуляции составила 160 °С. Время прогрева источника стимуляции – 3 минуты. Время теплового воздействия на образцы в каждом эксперименте – 3 минуты. Температура в помещении – 23 °С. Расстояние от источника до образцов – 400 мм.

На третьем этапе исследований был применен двусторонний метод теплового неразрушающего контроля [7], при котором источник нагрева объекта контроля и средство регистрации теплового излучения расположены с противоположных сторон объекта контроля. В качестве источника тепловой стимуляции, вводимого внутрь исследуемых образцов, использовался спиральный нагревательный элемент, температура поверхности которого находилась в диапазоне от 230 °С до 340 °С. Нагреватель представлял собой навитую на огнеупорный цилиндр металлическую спираль, по которой пропускался ток, регулируемый реостатом. Время теплового воздействия на образцы в каждом эксперименте составляло до 3 минут. Распределение тепловых полей на наружной поверхности образцов фиксировалось также с помощью инфракрасной камеры FLIR T620bx при дистанции наблюдения 300 мм. Обработка и анализ полученных в ходе эксперимента термограмм проводились в программном пакете Flir QuickReport 1.2 SP2 (версия 1.0.1.217).

Результаты и обсуждение

По анализу термограмм, полученных на первом этапе можно сделать вывод о том, что близкое нахождение оператора с тепловизионной камерой не приводит к появлению на поверхности образцов бликов от отраженного излучения. Но при этом на образцах, подвергающихся воздействию источника нагрева, появился блик – прямое отражение источника нагрева в направлении оператора. Повышение видимой температуры в этих участках составило около 3 °С, по сравнению с остальной поверхностью образцов. Таким образом, на данном материале блики от высоконагретых источников инфракрасного излучения легко идентифицируются и могут фильтроваться на фоне других возможным тепловых аномалий.

После снятия тепловой нагрузки по анализу термограмм обнаружено, что температура образцов довольно быстро вернулась в исходное состояние. Что говорит о быстром остывании на воздухе тонкостенных образцов, хорошо отдающих свое тепло окружающему пространству с двух сторон – внутренней и внешней.

Оцененный по анализу отраженного излучения от источника нагрева коэффициент излучения материала ε составил около 0,97. Полученное значение коэффициента излучения в подобных условиях является приближенным и оценочным. Но, в тоже время, этого достаточно, чтобы сделать вывод о пригодности подобных материалов (пористой керамики малого диаметра) для теплового контроля [5].

Также на основании анализа полученных термограмм был сделан вывод о недостаточном разрешении применяемого тепловизора. Поэтому в дальнейших экспериментах была использована инфракрасная камера с разрешением 640x480 элементов.

Анализируя термограммы, полученные на втором этапе исследований можно сделать вывод, что без воздействия дополнительного источника стимуляции зоны дефектов не выделяются на термоизображениях. Разница температур между поверхностью фона и образцами составила около 1°С, что позволяет уверенно определять лишь контуры образцов.

При включенном же источнике тепловой стимуляции и при различном времени нагрева зоны дефектов под разными углами съемки также не определяются на термограммах.

И, только на термограмме фрагмента образца №4 было обнаружено, что изменение геометрии поверхности трубки в месте выбоины (поры) приводит к увеличению видимой температуры в этой области (на 5 °С относительно фона). Это возможно как за счет изменения условий отражения (фактически – изменению коэффициента излучения) в этой зоне, так и за счет локального уменьшения толщины стенки на этом участке.

В процессе третьего этапа эксперимента были получены следующие термоизображения участков образцов с дефектами:

- выбоина (пора) размером 0,7x1,4 мм глубиной 1 мм на образце №4 (рис. 1)
 - обнаружение первоначально не входило в цели эксперимента;
 - продольный наплыв материала, а также выбоины («вмятины») размером 1 мм глубиной 0,2 мм на образце №4 – обнаружение первоначально не входило в цели эксперимента;
 - фрагмент образца №4 с естественным дефектом в виде паза (царапины) шириной 1 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки – дефект не обнаружен;
 - образец №1 с естественным дефектом в виде продольной сквозной трещины по всей длине образца (рис. 2), источник нагрева присутствует и имеет контакт с образцом в нижней части, начальная стадия нагрева;
 - образец №1 с естественным дефектом в виде продольной сквозной трещины по всей длине образца, источник нагрева присутствует и не имеет контакта с образцом, завершающая стадия нагрева;
 - образец №1 с естественным дефектом в виде продольной сквозной трещины по всей длине образца, источник нагрева убран из образца – естественное охлаждение;
 - фрагмент образца №2 с естественным дефектом в виде сквозного отверстия диаметром 0,3 мм на расстоянии 15 мм от торца трубки (рис. 3);
 - фрагмент образца №3 с искусственным дефектом в виде паза (пропила) шириной 3 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки – дефект не обнаружен;
- Также в процессе эксперимента фиксировалась температура источника тепловой стимуляции.

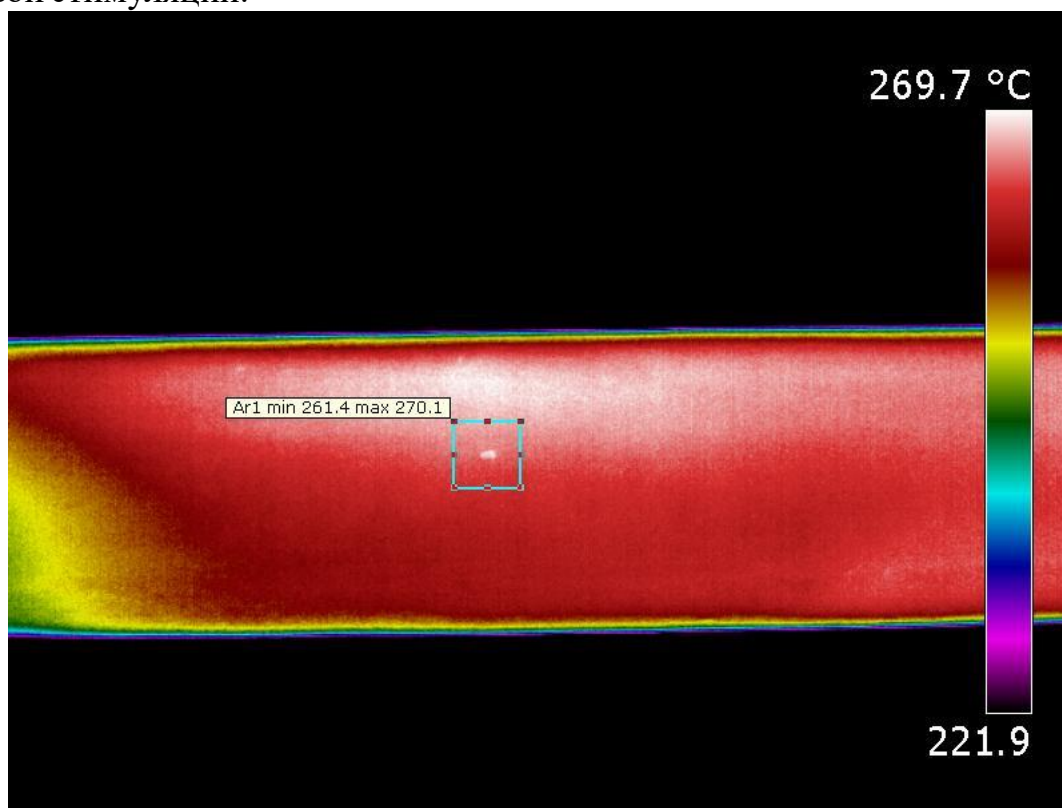


Рисунок 1 – Термограмма исследуемого образца №4, глубокая выбоина

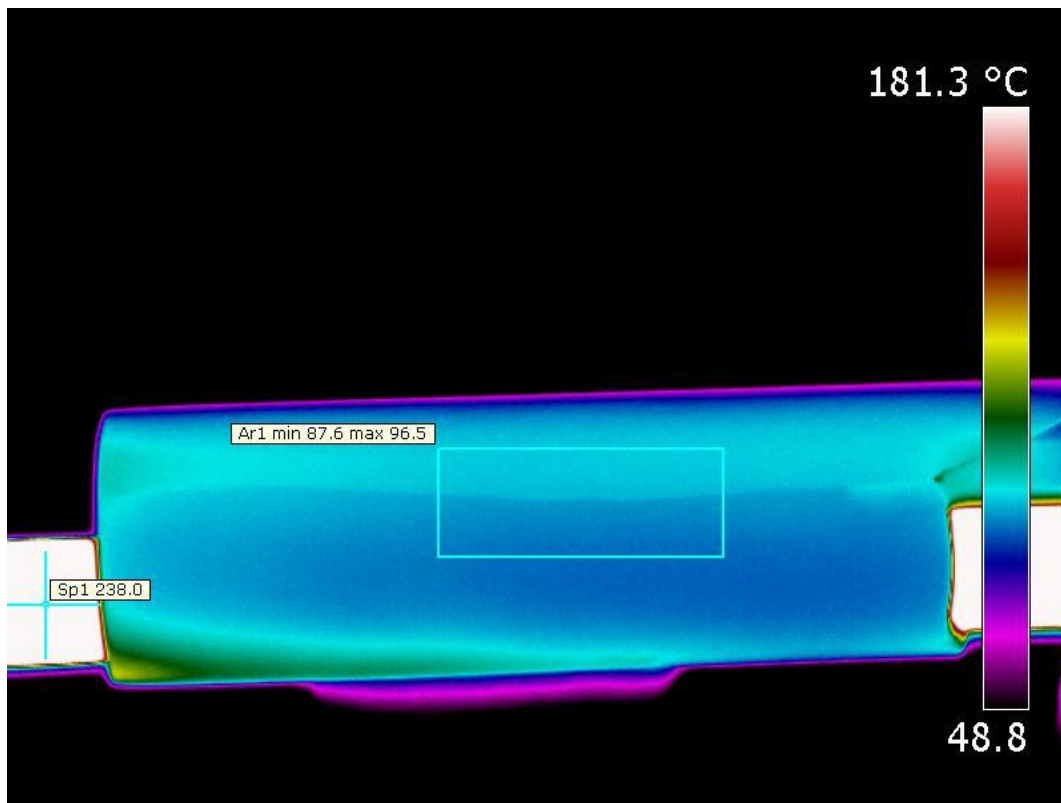


Рисунок 2 – Термограмма образца №1 с продольной сквозной трещиной на начальной стадии нагрева

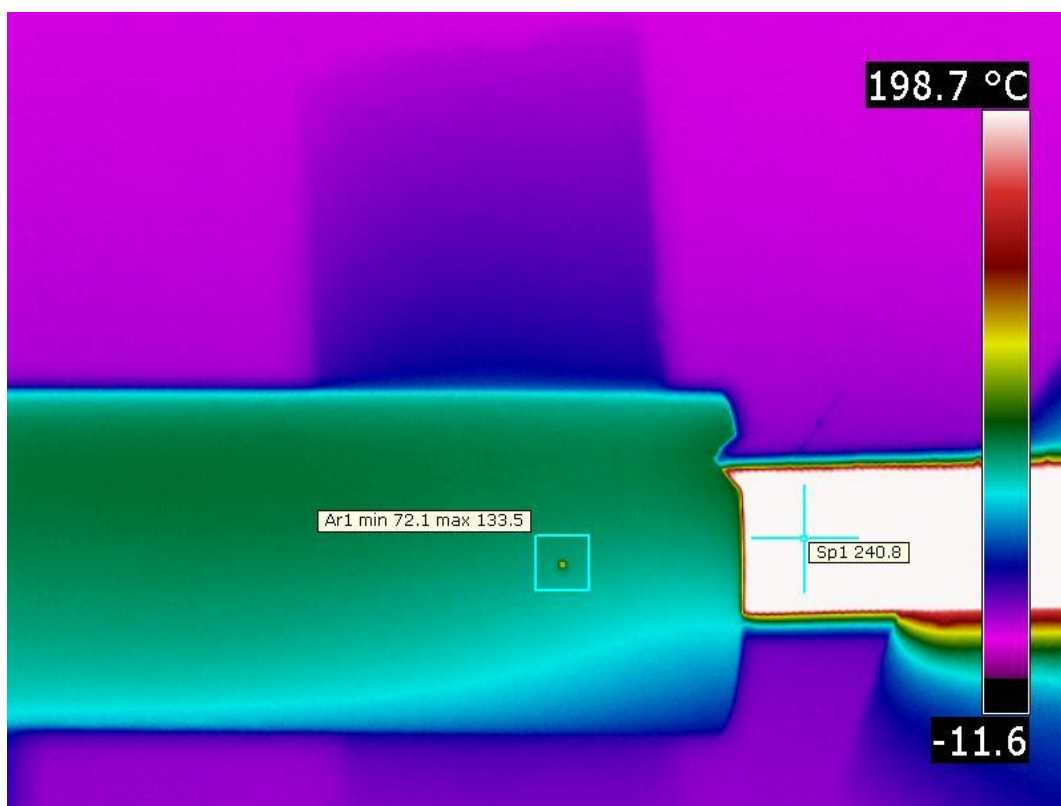


Рисунок 3 – Термограмма исследуемого образца №2, сквозная пора 0,3 мм

Анализируя термограммы образцов №3 и №4 можно сделать вывод о том, при двустороннем тепловом контроле подобных изделий из данного материала естественные и искусственные дефекты типа утонения стенки до 50% на внутренней поверхности трубки не могут быть обнаружены. В частности, при данном эксперименте не видны на термограммах: естественный дефект в виде паза (царапины) шириной 1 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки, а также искусственный дефект в виде паза (пропила) шириной 3 мм, длиной 30 мм, глубиной 1,5 мм на внутренней стороне трубки.

Можно предположить, что подобный вид дефектов может быть обнаружен с помощью других схем теплового контроля [8] при использовании, например, конвекционного источника нагрева [6], а также циклических способов тепловой стимуляции [9].

Согласно термограммам, представленным на рис. 1, обнаружены поверхностные неоднородности изделия, определение которых первоначально не входило в цели эксперимента. К ним относятся выбоина (размер 0,7x1,4 мм, глубина 1 мм), имеющая повышенную температуру (рис. 1) относительно фона на 9 °С, вероятнее всего из-за повышения коэффициента излучения в ее полости (аналог АЧТ) и уменьшенной теплоотдачи. А также неглубокие «вмятины» размером 1 мм, глубиной до 0,2 мм и наплыв материала (образец №4), понижение температуры относительно фона составило до 12 °С, что вызвано, вероятнее всего как уменьшением коэффициента излучения, так и дополнительным охлаждением на воздухе в указанных областях.

По анализу термограмм на рис. 2 можно сделать вывод, что при определенных условиях возможно обнаружение сквозной продольной трещины. Наилучший тепловой контраст 8 °С был достигнут на начальной стадии нагрева в случае контакта нагревателя с нижней частью образца (рис. 2), когда материал по разные стороны от берегов трещины имеет разную температуру, а тепловая волна не может перейти через воздушный зазор трещины. На конечной стадии нагрева при отсутствии контакта нагревателя и образца, а также при последующем охлаждении образца на воздухе трещина также выявляется, так как в этом случае она продолжает являться препятствием для равномерного перераспределения тепла при нагреве/остывании образца. При этом также играет роль невысокая теплопроводность самого материала образца.

По анализу термограммы на рис. 3, полученной при контроле образца со сквозной порой 0,3 мм можно сделать вывод, что в этом случае возможно уверенное выявление дефекта типа сквозное отверстие. При этом температурный перепад между дефектом и фоном составил порядка 60 °С, что является даже избыточным для фиксации с помощью современных тепловизионных средств диагностики. Тот факт, что максимальная температура области отверстия 133,5 °С

значительно меньше температуры внутреннего нагревателя 240 °С, может говорить о том, что в данном случае, скорее всего, нет прямого просвечивания излучения через отверстие, а имеет место ряд отражений от его внутренних стенок. А также, в силу небольшого размера отверстия и относительного удаления камеры от образца изображение отверстия проецируется только на часть чувствительного элемента матрицы тепловизора. Подробное объяснение данного случая требует дальнейшего изучения с постановкой ряда экспериментов.

Обобщенные результаты выявляемости дефектов на исследованных образцах различными способами теплового контроля представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Выявляемость дефектов

Дефект	Односторонний тепловой контроль	Двусторонний тепловой контроль
Продольная сквозная трещина	не обнаружена	обнаружена $\Delta T^* = 8 \text{ }^\circ\text{C}$
Отверстие (свищ) 0,3мм	не обнаружено	обнаружено $\Delta T = 60 \text{ }^\circ\text{C}$
Паз на внутренней стороне	не обнаружен	не обнаружен
Поверхностная неоднородность – пора (выбоина)	обнаружена $\Delta T = 7 \text{ }^\circ\text{C}$	обнаружена $\Delta T = 9 \text{ }^\circ\text{C}$
Поверхностная неоднородность – наплыв	не обнаружена	обнаружена $\Delta T = 12 \text{ }^\circ\text{C}$
*температурный перепад между зоной дефекта и фоном		

Заключение

Изучена возможность теплового контроля пористых корундо-циркониевых керамических трубчатых образцов, оценены их характеристики относительно воздействия внешних источников тепловой стимуляции. Установлено, что односторонняя схема активного теплового контроля с прожектором в качестве источника тепловой стимуляции практически неприменима для контроля исследуемых изделий.

Применение методики активного двустороннего теплового неразрушающего контроля позволило получить результаты, показывающие возможность обнаружения производственных дефектов типа свищей и трещин, а также других поверхностных неоднородностей.

Представленные на термограммах дефекты отчетливо выявляются, метод получения термоизображений изделий достаточно технологичен. Таким образом,

рассматриваемый подход позволяет проводить дефектоскопию в потоке при производстве цилиндрических пористых диафрагм из композитных материалов.

По результатам наших исследований метод теплового неразрушающего контроля можно рассматривать как один из наиболее перспективных для дефектоскопии изделий из ПКМ.

Библиографический список

1. Гинберг А. М. Технология важнейших отраслей промышленности / А. М. Гинберг, Б. А. Хохлов, П. Дрякина [и др.] ; под ред. А. М. Гинберга, Б. А. Хохлова. – Москва : Высшая школа, 1985. – 496 с.
2. Справочник по электрохимии / под ред. А. М. Сухотина. – Ленинград : Химия, 1981. – 488 с.
3. Свойства микропористой композиционной керамики на основе оксидов циркония и алюминия / Ю. И. Комоликов, И. Д. Кащеев, К. Г. Земляной [и др.] // Новые огнеупоры. – 2020. – № 3. – С. 30–33.
4. Komolikov Yu. I. Technology of ceramic micro and ultrafiltration membranes (Review) / Yu. I. Komolikov, L. A. Vlagina // Refractories and Industrial Ceramics. – 2002. – Vol. 43, Iss. 5/6. – P. 181–187.
5. Комоликов Ю. И. Технология керамических микро- и ультрафильтрационных мембран (обзор) / Ю. И. Комоликов, Л. Л. Благинина // Огнеупоры и техническая керамика. – 2002. – № 5. – С. 20–28.
6. Вавилов В. П. Неразрушающий контроль. Справочник. В 7 т. Т. 5, кн. 1 / В. П. Вавилов ; под общ. ред. В. В. Клюева. – Москва : Машиностроение, 2004. – 418 с.
7. Vavilov V. P. Thermal nondestructive testing of materials and products: a review / V. P. Vavilov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2017. – Vol. 53, Iss. 10. – P. 707–730.
8. Новые идеи в активном тепловом контроле / В. П. Вавилов, А. О. Чулков, Д. А. Дерусова, Пань Янян // В мире неразрушающего контроля. – 2016. – № 1 – С. 5–7.
9. Вандельт М. Активная термография – эффективный метод неразрушающего контроля крупногабаритных изделий из композиционных материалов / М. Вандельт, Т. Крёгер, М. Йоханнес // В мире неразрушающего контроля. – 2016. – № 1 – С. 8–12.
10. Non-Destructive Infrared Lock-in Thermal Tests: Update on the Current Defect Detectability / A. R. Silva, M. Vaz, S. R. Leite, J. Mendes // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2019. – Vol. 55, Iss. 10. – P. 772–784.