

УДК 678.01: 303.724.32.032.2

**Проблема обработки экспериментальных данных
термостимулированной потери массы полимерных композитов в
вакууме**

*Власова А.М., студент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Физика»*

*Научный руководитель: Хасанишин Р. Х., доцент, к.ф.-м.н
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана
bauman@bmstu.ru*

1. Введение

Современные космические аппараты (КА) оснащены большим количеством высокочувствительной аппаратуры, нормальное функционирование систем которой может быть нарушено вследствие неучтенного воздействия собственной внешней атмосферы (СВА), образующейся в окрестности аппарата за счет потери массы материалов поверхности. Осаждение частиц СВА приводит к множеству негативных последствий, таких как снижение светопропускания и появление ложных срабатываний оптических приборов. Острота этой проблемы обусловлена широким применением полимерных композиционных материалов (ПКМ), которые являются основными источниками летучих веществ, и внедрением в практику конструирования спутников негерметизированных отсеков, что создает предпосылки для увеличения плотности СВА и присутствия в ее составе высокомолекулярных легкоконденсирующихся соединений.

На сегодняшний день, в связи с тенденцией к увеличению сроков активного существования изделий космической техники, предъявляются повышенные требования к надежности прогнозирования уровней загрязнения функциональных поверхностей спутников в условиях эксплуатации. Для решения этой задачи необходимо получение оценки параметров модели, описывающей потерю массы полимерных композиционных материалов, занимающих большую площадь поверхности КА и являющихся одними из основных источников продуктов СВА. При рассмотрении этого процесса в объеме и на их поверхности композиционного материала со сложной энергетической структурой пока реально возможен только макроскопический подход. Поэтому здесь мы вынуждены говорить только об эффективных коэффициентах диффузии и десорбции.

В данной работе проведено экспериментальное исследование динамики потери массы модельного материала в вакууме и получена оценка параметров модели, таких как коэффициент диффузии и коэффициент десорбции.

2. Экспериментальные исследования потери массы ПКМ в вакууме

Для экспериментальных исследований динамики потери массы в качестве основного модельного материала был выбран ЭКОМ-1 – штатное терморегулирующее покрытие космических аппаратов. Из этого материала, нанесенного на алюминиевую подложку (АмГ-6), были изготовлены образцы, каждый из которых взвешивали до и после проведенных испытаний. Эксперименты проводились в вакуумной камере при разных температурах образцов. Для исследования динамики потери массы материалов в вакууме использовались кварцевые микровесы. В этих весах в качестве чувствительного элемента используют массчувствительный кварцевый пьезорезонатор АТ-среза с частотой около 10,0 МГц, термостатированный при заданной температуре от минус 187 ± 0.5 °С до плюс 40 ± 0.5 °С. Кварцевые микровесы – измерительное устройство, предназначенное для преобразования изменения массы, присоединенной к поверхности кварцевого пьезорезонатора, в приращение выходной частоты автогенератора.

Условия проведения экспериментов: вакуум: – 10^{-5} Па; температура нагрева образцов – от 20 до $125 \pm 0,1$ °С; минимальная температура кварцевого пьезорезонатора – минус 187 ± 0.5 °С.

На рисунке 1 представлена блок-схема экспериментальной установки.

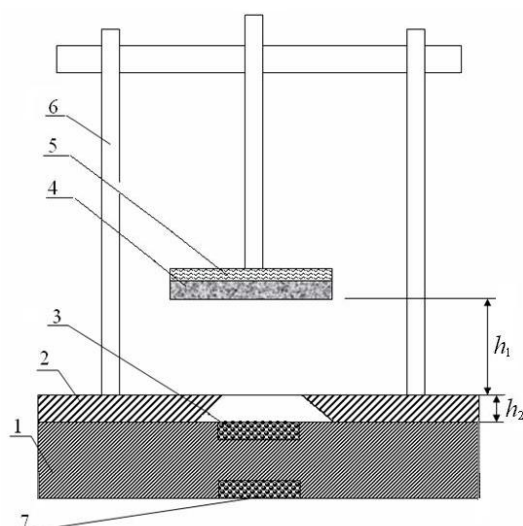


Рис. 1 Блок-схема экспериментальной установки:

1 – термостат; 2 – крышка термостата, (диаметр отверстия в крышке на 1 мм больше диаметра электрода пьезорезонатора); 3 – рабочий пьезорезонатор; 4 – образец материала с термодатчиком; 5 – стол с нагревателем; 6 – стойки; 7 – опорный пьезорезонатор; h_1 – расстояние «образец – крышка»; h_2 – расстояние «крышка – пьезорезонатор».

В вакуумной камере стенда расположены криохолодильники и измерительная ячейка, состоящая из термостата с пьезорезонаторами и столика с нагревателем. Ее устанавливают в объеме между криохолодильниками на один из них. На рисунке 2 показана схема измерительной ячейки. В ячейках такого типа опорный пьезорезонатор закрыт от молекулярного потока стеклянной крышкой, но доступен для теплового излучения.

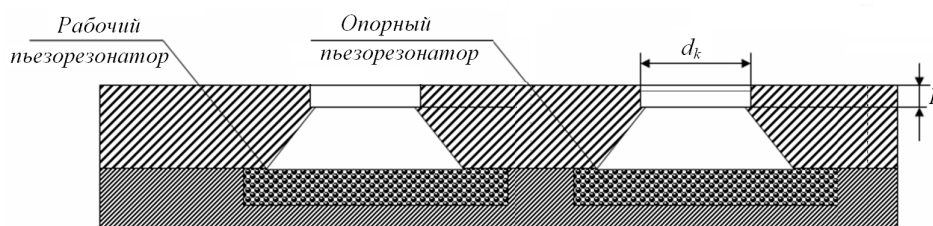


Рис. 2. Схема измерительной ячейки:

d_k – диаметр отверстия в крышке на 1 мм больше диаметра электрода пьезорезонатора;
 L – толщина стенки отверстия

Корпус термостата изготавливают из меди Моб (ГОСТ 15471-77) диаметром 80 мм, высотой 15 мм. На торцах термостата в гнездах располагают пьезорезонаторы. Измерительную ячейку устанавливают так, чтобы оба пьезорезонатора обращены к столику с образцом материала. Столик 5 изготовлен из нержавеющей стали 12Х18Н10Т. В его корпусе установлен нагреватель из нихрома и термодатчик (ХА или ХК). Столик через кронштейн крепится к стойкам, по которым его можно перемещать и регулировать расстояние «образец – пьезорезонатор».

Образцы материала до нагрева в течение часа выдерживали в вакууме при температуре 20°C, далее нагревали и наблюдали за динамикой потери массы при разных температурах. В первые часы экспериментов приращение выходной частоты датчика записывалось через каждую минуту, а далее через каждые 10 и 20 минут. Все эксперименты проводились при неизменном геометрическом расположении датчика и образца материала.

При обработке результатов экспериментов по исследованию динамики потери массы ПКМ и конденсации образующихся летучих продуктов радиальное распределение потока ЛВ, падающего на поверхность чувствительного элемента микровесов, определялось из выражения:

$$\alpha(r) = 4^{-1} \cdot \ln \frac{(D/2)^2 + H^2 - r^2 + \sqrt{(D/2)^4 + D^2/2(H^2 - r^2) + (H^2 + r^2)^2}}{2H^2}$$

где D – диаметр образца материала-источника летучих веществ в экспериментальных исследованиях составлял 30 мм;

H – расстояние от точки на поверхности конденсации до геометрического центра поверхности, на которой находится источник летучих веществ.

3. Результаты экспериментального исследования потери массы полимерного композита при постоянной температуре

В результате экспериментального исследования были получены графики экспериментальных данных о термостимулированной потере массы в вакууме образца ЭКОМ-1, представленные на рисунке 3.

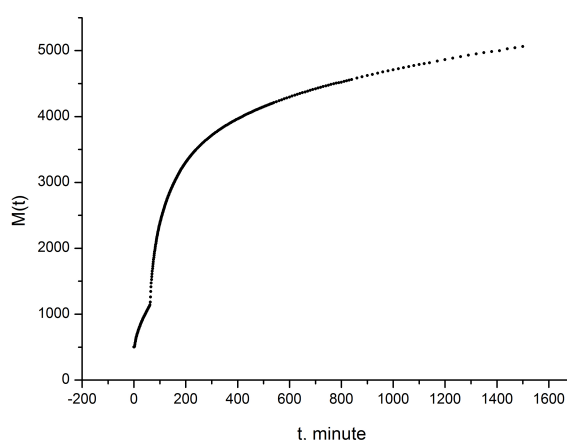


Рис. 3. Динамика потери массы образца модельного материала при 100 °С

Они были получены при следующих условиях: температура образца $T=100$ °С; давление в вакуумной камере 10^{-5} Па; температура кварцевого пьезорезонатора 187 ± 0.5 °С.

4. Оценка эффективных коэффициентов диффузии и десорбции

Построим математическую модель процесса потери массы ПКМ в вакууме. При описании этого процесса полагаем, что изменение концентрации продуктов газовой выделения в материале при вакуумно-тепловом воздействии обусловлено десорбцией адсорбированных ЛВ с поверхности материал-вакуум. Толщина образца исследуемого материала намного меньше остальных линейных размеров, следовательно, можно пренебречь краевыми эффектами и рассматривать одномерную задачу: при этом потеря массы происходит только через свободную поверхность материал-вакуум.

Изменения концентрации продуктов газовой выделения в образце материала можно описать уравнением:

$$\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \quad 0 < x < l, t > 0 \quad (1)$$

С граничными условиями и начальным условием:

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right)_{x=0} = 0 \\ -D \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right)_{x=l} = kC \end{cases} \quad (2)-(3)$$

$$C(x,0) = C_0 = const, \quad (4)$$

где D – эффективный коэффициент диффузии, $\text{мкм}^2 \cdot \text{с}^{-1}$; k – эффективный коэффициент десорбции, $\text{мкм} \cdot \text{с}^{-1}$; l – толщина образца материала, мкм ; C_0 – распределение концентрации ЛВ в материале в начальный момент времени, $\text{молекул} \cdot \text{мкм}^{-3}$.

Решение системы (1)-(4) имеет вид:

$$C(x,t) = 2C_0 \cdot \sum_{i=1}^{\infty} \frac{\sin(\mu_i) \exp(-\frac{D\mu_i^2 t}{l^2}) \cos\left(\frac{\mu_i x}{l}\right)}{\mu_i + \sin(\mu_i) \cos(\mu_i)}, \quad (5)$$

где μ_i – корни следующего трансцендентного уравнения:

$$\frac{D\mu_i}{kl} \operatorname{ctg}(\mu_i). \quad (6)$$

Тогда зависимость массы образца от времени имеет вид:

$$M(t) = m_{mol} \cdot k \cdot S \int_0^t C(l,t) dt = 2C'_0 l \sum_{i=0}^{\infty} \frac{\sin^2 \mu_i (1 - \exp(-\frac{D\mu_i^2 t}{l^2}))}{(\mu_i + \sin \mu_i \cos \mu_i) \mu_i}, \quad (7)$$

где m_{mol} – масса молекул, S – площадь поверхности образца, $C'_0 = kSC_0 m_{mol}$.

Из формулы (7) видно, что мы столкнулись с ситуацией, когда модель представляется бесконечным рядом. Так как нас интересует протекания процесса потери массы на достаточно длительном интервале времени, то для приемлемого описания нам достаточно ограничиться несколькими первыми членами ряда. На Рисунке 4 показано

влияние количества членов n в формуле (7) на результаты моделирования динамику потери массы.

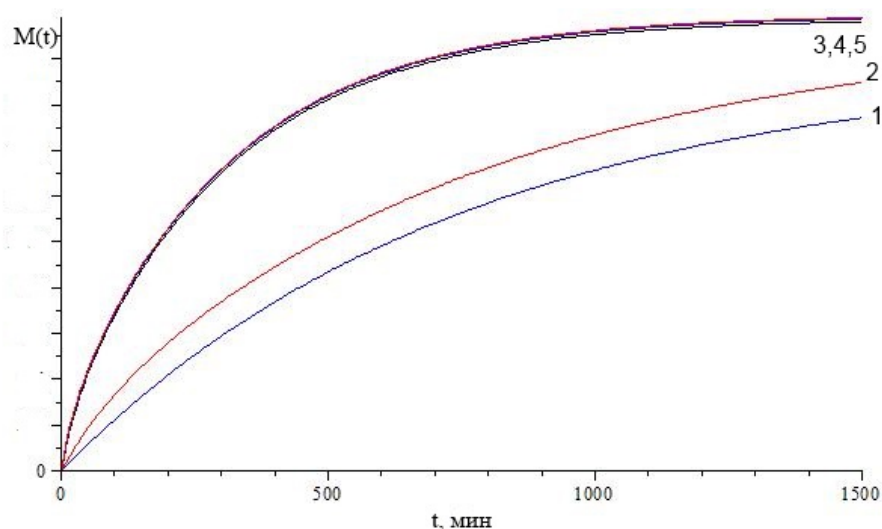


Рис. 4. Динамика потери массы для $n=1,2,3,4,5$

Из рисунка 4 можно сделать вывод, что для описания процесса мы можем ограничиться первыми тремя-четырьмя слагаемыми ряда, так как при дальнейшем повышении количества слагаемых, картина практически не изменяется и, следовательно, это не ведет к улучшению результатов.

В данной работе для построения модели мы использовали четыре слагаемых ряда в формуле (7), что достаточно для удовлетворительной оценки.

$$M(t) = 2C'_0 l \sum_{i=0}^4 \frac{\sin^2 \mu_i (1 - \exp(-\frac{D\mu_i^2 t}{l}))}{(\mu_i + \sin \mu_i \cos \mu_i) \mu_i} . \quad (8)$$

Задача, поставленная в данной работе, заключается в нахождении таких значений параметров D и k , при которых функция модели наилучшим образом приближает значения, полученные в ходе эксперимента. Ориентируясь на метод наименьших квадратов (МНК), мерой близости модели (8) к экспериментальным данным будем считать сумму квадратов отклонений:

$$F(D, k) = \sum_{j=1}^N (Y_j - f_j)^2, \quad (9)$$

где Y_j — данные о термостимулированной потере массы ПМК в вакууме, полученные экспериментально для j -го момента времени, а f_j — значения, полученные из модели (9), для j -го момента времени. Используя модель потери массы получим:

$$f_j = 2C_0' l \sum_{i=0}^4 \frac{\sin^2 \mu_i (1 - \exp(-\frac{D\mu_i^2 t}{l}))}{(\mu_i + \sin \mu_i \cos \mu_i) \mu_i}$$

$$F(D, k) = \sum_{j=1}^N \left(Y_j - 2C_0' l \sum_{i=0}^4 \frac{\sin^2 \mu_i (1 - \exp(-\frac{D\mu_i^2 t}{l}))}{(\mu_i + \sin \mu_i \cos \mu_i) \mu_i} \right)^2.$$

МНК является одним из наиболее распространенных и наиболее разработанных, вследствие своей простоты и эффективности, методом оценивания, применяемым при обработки экспериментальных данных. Значения эффективных коэффициентов диффузии и десорбции ищутся путем, минимизации $F(D, k)$ по D и k . Однако на этом этапе мы сталкиваемся с рядом трудностей, вызванных видом целевой функции (9), которые не позволяют нам использовать самые популярные и эффективные, градиентные методы, а также делают процесс минимизации весьма затруднительным. Они обусловлены следующими обстоятельствами:

1) Параметр модели, введенный в ходе ее получения, μ_i является неявно заданной функцией от D и k (см. формулу (6)). Это обстоятельство делает затруднительным аналитическое вычисление производных целевой функции.

2) Наличие большого количества локальных экстремумов, в широкой области которых градиент целевой функции (9) очень мал, приводит к ложному определению минимума. Это обстоятельство делает затруднительным использование многих распространенных методов оценивания.

Исходя из этих соображений, решение этих проблем проводилось в два этапа. На первой стадии, чтобы получить область минимума, проводился предварительный анализ функции (9). В ходе, которого, варьируя значения параметров в достаточно большом диапазоне, находилась необходимая область. Также, в процессе него, был установлен сложный вид минимизируемой функции, т.е. большое количество локальных минимумов. Далее для оценки параметров был применен метод, не требующий нахождения производных целевой функции по параметрам, а использующий только ее значения, т.е. метод прямого поиска. Требованием, необходимым для эффективного использования данного метода, является наличие достаточно хорошего начального приближения, которое обеспечивалось на первом этапе.

После того как область минимума была определена, для оценки параметров был применен следующий алгоритм:

1. Из области минимума выбираем точку с начальными значениями параметров $X_1(D_1, k_1)$, и задаем шаг по каждой из переменных h_d и h_k .

2. Вычисляем F в точке X_1 .

3. Замораживаем k и вычисляем значение F при $D=D+h_d$ и $D=D-h_d$, и выбираем новое значение параметра, при котором функция F приняла наименьшее значение, если же изменение F не произошло, то оставляем D без изменений.

4. Аналогичным образом действуем с параметром k , и двигаемся, таким образом до тех пор, пока изменения параметров не перестанут приводить к уменьшению квадрата целевой функции.

5. Найденную точку обозначим $X_2(D_2, k_2)$.

6. Вычисляем функцию в точке X_3 , значения параметров для которой определено формулами:

$$D_3 = D_1 + 2(D_2 - D_1),$$
$$k_3 = k_1 + 2(k_2 - k_1).$$

7. Повторяем исследование (пункты 2,3,4,5) для точки X_3 . Если после этого получаем значение меньшее, чем X_2 , то возвращаемся к пункту 6 и т.д. Если нет, то переходим к пункту 8.

8. Уменьшаем шаги по параметрам и повторяем пункты 2-5, пока шаги не станут меньше заданной точности. [1]

По итогам проведения оценки параметров были получены следующие значения $D = 7.32 \text{ мкм}^2 \cdot \text{с}^{-1}$ и $k = 0.534 \text{ мкм} \cdot \text{с}^{-1}$ и построены графики, аппроксимирующие экспериментальные данные (Рисунок 5).

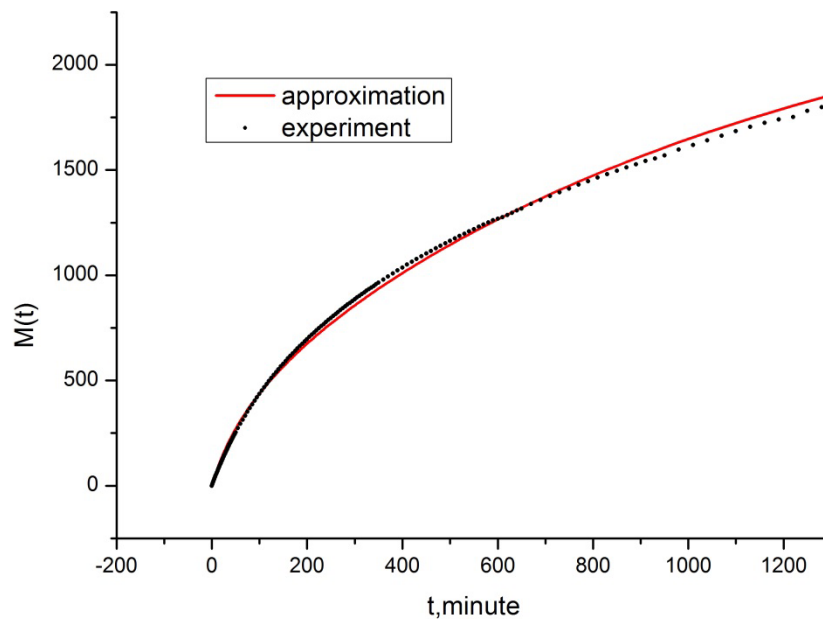


Рис. 5. Кривые динамики потери массы, полученные экспериментально и при помощи модели

5. Заключение

В данной работе описано построение математической модели процесса потери массы ПКМ в вакууме при помощи, которой по экспериментальным данным была получена оценка значений эффективных коэффициентов диффузии и десорбции. Результаты расчётов, проведенных с использованием полученных параметров, удовлетворительно согласуются с экспериментальными данными.

Список литературы

1. Аттетков А.В., Галкин С.В., Зарубин В.С. Методы оптимизации М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2003. 440 с.
2. Костюк В.И., Хасаншин Р.Х., К вопросу моделирования газовыделения материалами покрытий КА при термовакуумном воздействии // Космонавтика и Ракетостроение. 2002. № 3 (28). С.155-163.
3. Khassanchine R.H., Grigorevskiy A.V. Some aspects of simulation of outgassing processes under thermal vacuum exposure to coatings applied to space vehicles // 6th Int. Conf. on Protection of Materials and Structures from Space Environment. (Toronto, 2003). Vol. 5. P. 327-334.