

УДК 535.31:681.7.001

И.Н. Павлов, Б.С. Ринкевичюс, А.В. Толкачев

*Национальный исследовательский университет "МЭИ", Россия,
111250, Москва, Красноказарменная ул., 17, E-mail: inpavlov@bk.ru*

ВИЗУАЛИЗАЦИЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КАПЛИ ВОДЫ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА НПВО ШИРОКОГО КОЛЛИМИРОВАННОГО ЛАЗЕРНОГО ПУЧКА

АННОТАЦИЯ

В статье рассматривается применение метода нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) для визуализации и исследования процесса кристаллизации пленки воды между горизонтальными поверхностями стеклянной призмы и элемента Пельтье в тонком (порядка сотен нанометров) пограничном слое. Описана созданная установка для проведения таких экспериментов. Приведены результаты экспериментов и их обсуждение.

**НАРУШЕННОЕ ПОЛНОЕ ВНУТРЕННЕЕ ОТРАЖЕНИЕ, ВИЗУАЛИЗАЦИЯ,
КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ**

ВВЕДЕНИЕ

Для диагностики процессов кристаллизации при охлаждении и испарении капель различных жидкостей и растворов в работе применен метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) расширенного и сколлимированного лазерного пучка. Для этого созданная ранее экспериментальная установка, которая была подробно описана [1] и успешно использована для проведения экспериментов по визуализации испарения, охлаждения и растекания капель жидкости на поверхности измерительной призмы [2], адаптирована для экспериментальных исследований по диагностике кристаллизации капель жидкости, находящихся в контакте с измерительной призмой. Предлагаемый метод НПВО позволяет визуализировать изменение показателя преломления контактирующей с призмой среды на расстоянии порядка сотен нанометров с чувствительностью по показателю преломления в четвертом знаке после запятой. Особенность созданной установки состоит в том, что она позволяет получать пространственное распределение показателя преломления по площади пятна контакта призмы с исследуемой средой, а не локальные или интегральные измерения.

МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ

Предлагаемый метод визуализации кристаллизации капель основан на явлении НПВО и поэтому позволяет регистрировать малые изменения показателя преломления капли в тонком слое толщиной порядка сотен нанометров вблизи поверхности подложки в случае, если угол падения излучения близок к критическому углу полного внутреннего отражения (ПВО). Суть метода состоит в следующем. Лежащая на охлаждающей поверхности капля с показателем преломления n_2 приводится в соприкосновение с горизонтальной границей раздела стеклянной призмы (n_1) и воздуха (n_3), где происходит ее охлаждение и последующая

кристаллизация. Поверхность призмы освещается широким параллельным лазерным пучком, падающим под углом θ_i , большим критического угла ПВО для границы стекло-воздух, но меньшим такого угла для границы стекло-жидкость, т.е. $n_3/n_1 < \sin \theta_i < n_2/n_1$. Так как условие ПВО для жидкости не выполняется, то коэффициент отражения для части пучка, отраженной от капли, меньше коэффициента отражения для части пучка, отраженной от воздуха (который равен единице). Оптимальным с точки зрения чувствительности метода является случай с поляризацией падающего излучения, параллельной плоскости падения [3], поэтому в дальнейшем рассматривается именно этот случай. Тогда энергетический коэффициент отражения определяется по формуле:

$$\rho_{\parallel}(x, y) = \operatorname{tg}^2 \left[\theta_i - \arcsin \left(\frac{n_1}{n_2(x, y)} \sin \theta_i \right) \right] / \operatorname{tg}^2 \left[\theta_i + \arcsin \left(\frac{n_1}{n_2(x, y)} \sin \theta_i \right) \right], \quad (1)$$

где θ_i – угол падения лазерного пучка, n_1 – показатель преломления призмы, $n_2(x, y)$ – распределение показателя преломления жидкости на границе раздела.

Поэтому в отраженном свете на светлом фоне пучка, отраженного от границы с воздухом, видно темное изображение капли. Таким образом визуализируется положение капли и размер контактного пятна. По измерению коэффициента отражения ρ_{\parallel} от капли для заданного угла θ_i можно определить показатель преломления жидкости n_2 . На рис. 1 показаны расчетные графики зависимости коэффициента отражения от показателя преломления жидкости для различных углов падения пучка θ_i для показателя преломления призмы $n_1 = 1,5677$.

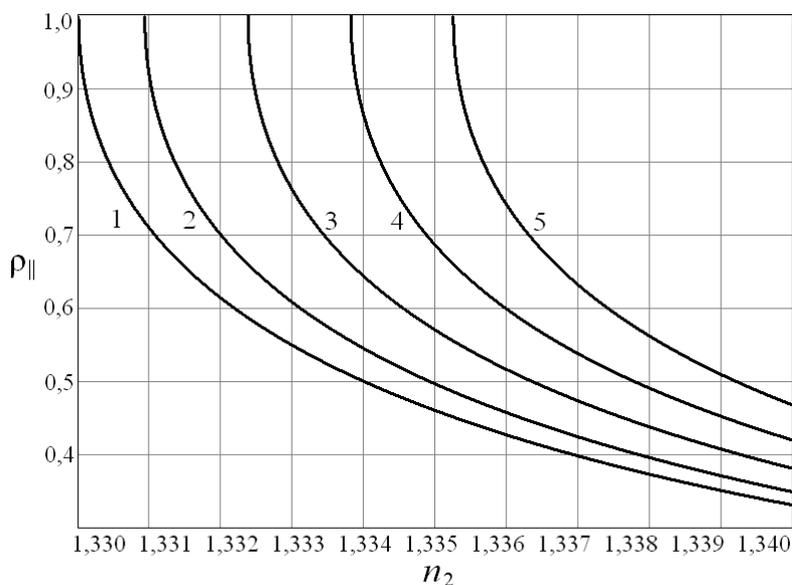


Рис. 1. Графики зависимости коэффициента отражения от показателя преломления жидкости: 1 – $\theta_i = 58,036^\circ$, 2 – $\theta_i = 58,1^\circ$, 3 – $\theta_i = 58,2^\circ$, 4 – $\theta_i = 58,3^\circ$, 5 – $\theta_i = 58,4^\circ$

Из рисунка видно, что коэффициент отражения сильно зависит от показателя преломления жидкости вблизи критического угла, составляющего для данной призмы $58,036^\circ$.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Схема экспериментальной установки представлена на рис. 2. Излучение лазера 1 проходит через оптическую систему расширителя пучка 2, представляющую собой телескопическую систему из двух собирающих линз с разными фокусными расстояниями и

пространственный фильтр в виде точечной диафрагмы. Расширенный коллимированный пучок, пройдя через боковую поверхность призмы 3, отражается от ее основания, контактирующего с исследуемой каплей жидкости 4. Угол отражения соответствует условию ПВО для границы призма-воздух. Далее отраженный пучок попадает на диффузно рассеивающий экран 5, изображение капли на котором регистрируется с помощью цифровой видеокамеры 6 и затем обрабатывается на компьютере 7. Капля располагается на охлаждающей поверхности элемента Пельтье 8.

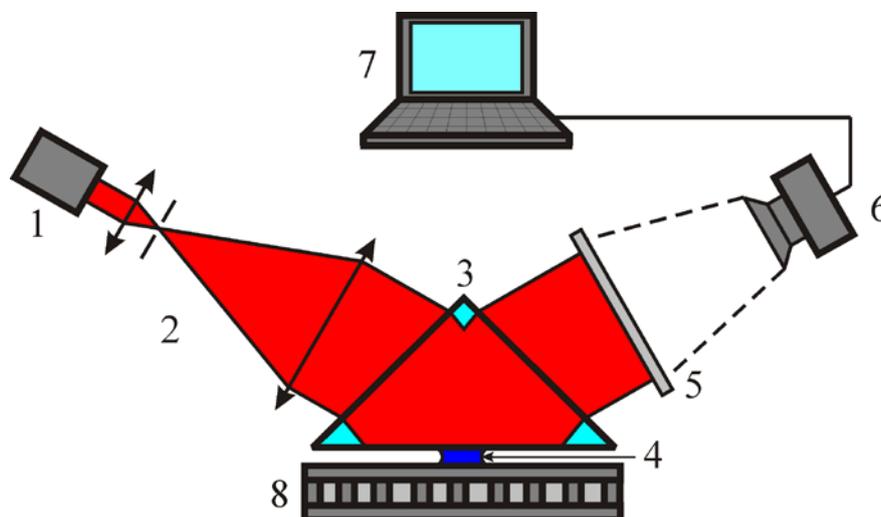


Рис. 2. Схема экспериментальной установки: 1 – лазер; 2 – расширитель пучка; 3 – призма; 4 – капля; 5 – экран; 6 – цифровая камера; 7 – компьютер; 8 – элемент Пельтье

Капля исследуемой жидкости заданного объема создается с помощью микродозатора. Поверхности призмы и элемента Пельтье выставляется горизонтально параллельно друг другу, величина зазора между ними регулируется с помощью микрометрического винта с шагом 2 мкм. Основание призмы, контактирующее с исследуемой каплей, освещается широким коллимированным пучком лазерного излучения, падающим под углом, близким к критическому углу ПВО для границы раздела призмы с каплей.

В качестве источника излучения в установке используется полупроводниковый лазер мощностью 3 мВт с длиной волны излучения 655 нм. Оптическая система для формирования широкого коллимированного лазерного пучка диаметром 40 мм состоит из положительных двух линз с разными фокусными расстояниями и пространственного фильтра – точечной диафрагмы. Стеклоянная прямоугольная призма имеет показатель преломления $n = 1,5677$ для $\lambda = 655$ нм. Отраженный пучок регистрируется с помощью цифровой видеокамеры Видеоскан-285/К-USB с частотой съемки 7 кадров/с и разрешением 1392×1040 пикселей, дающей черно-белые изображения в формате bmp. На персональном компьютере установлен пакет прикладных программ для цифровой регистрации и обработки полученных рефрактографических изображений. Созданная установка позволяет фиксировать изменение показателя преломления жидкости в четвертом знаке после запятой.

Как хорошо известно, параметры процесса кристаллизации капли на поверхности зависят от характеристик этой поверхности. Шероховатость поверхности стеклянной призмы, которая использовалась в экспериментах, измерялась во ВНИИОФИ с помощью интерференционного микроскопа фирмы Zygo. Результаты измерений показаны на рис. 3. Средний параметр шероховатости поверхности RMS составил 5,8 нм.

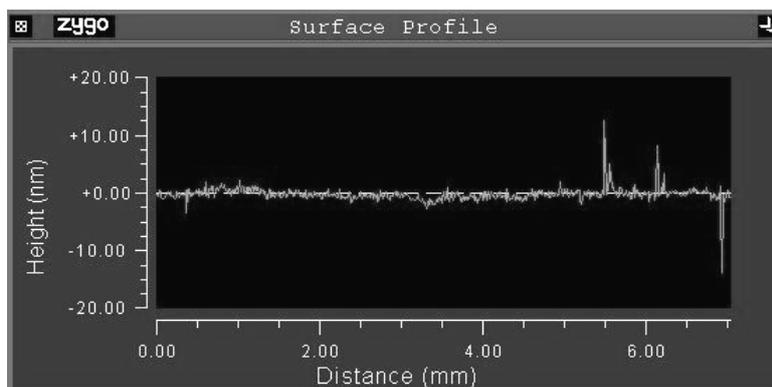


Рис. 3. Результаты измерения профиля поверхности призмы

Температура поверхности элемента Пельтье вблизи капли регистрируется с помощью термопары и записывалась на компьютере. На рис. 4 приведен пример полученных таким образом зависимостей температуры от времени в процессе охлаждения капли. Кривая получена при токе через элемент 1,4 А и подаваемом на него напряжении 8,8 В.

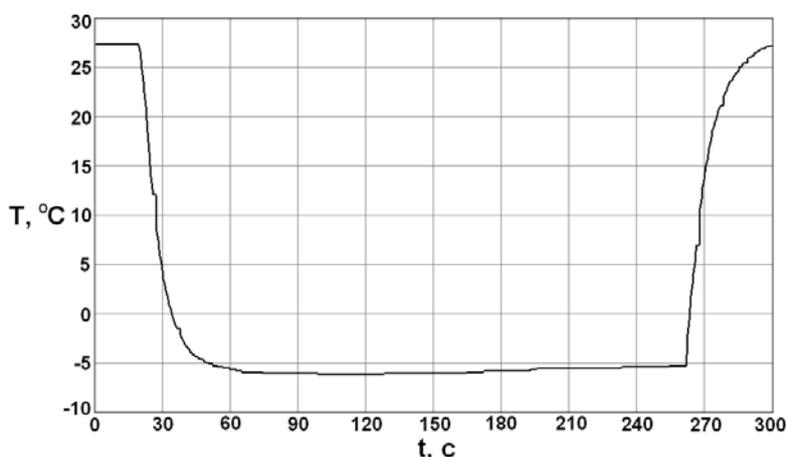


Рис. 4. График зависимости температуры охлаждающей поверхности от времени

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Примеры полученных изображений для разных значений зазора между призмой и элементом Пельтье, т.е. для разных высот капли, приведены на рис. 5. Объем капли составлял 10 мкл.

Из приведенных рисунков видно, что контактный слой капли с призмой имеет разную структуру при кристаллизации для разных высот капли. Для больших значений (1-1,5 мм) величины зазора между призмой и элементом Пельтье, куда помещается капля, имеет место образование крупных, радиально направленных пузырьков воздуха в виде вытянутых эллипсов в контактном слое с призмой (призма расположена сверху капли). Для меньших значений величины зазора (0,3-0,7 мм) имеет место образование мелкоячеистой структуры (вкрапления пузырьков воздуха во льду) по краям капли, а в центре – образование большого пузыря воздуха, который не нарушает ПВО в этом случае. При этом, в отличие от наблюдения за кристаллизацией капли в микроскоп, метод НПВО позволяет определить, в каком месте капли находится каждая из фаз – воздух, вода и лед – по соответствующему коэффициенту отражения, что наблюдается и визуально (рис. 5).

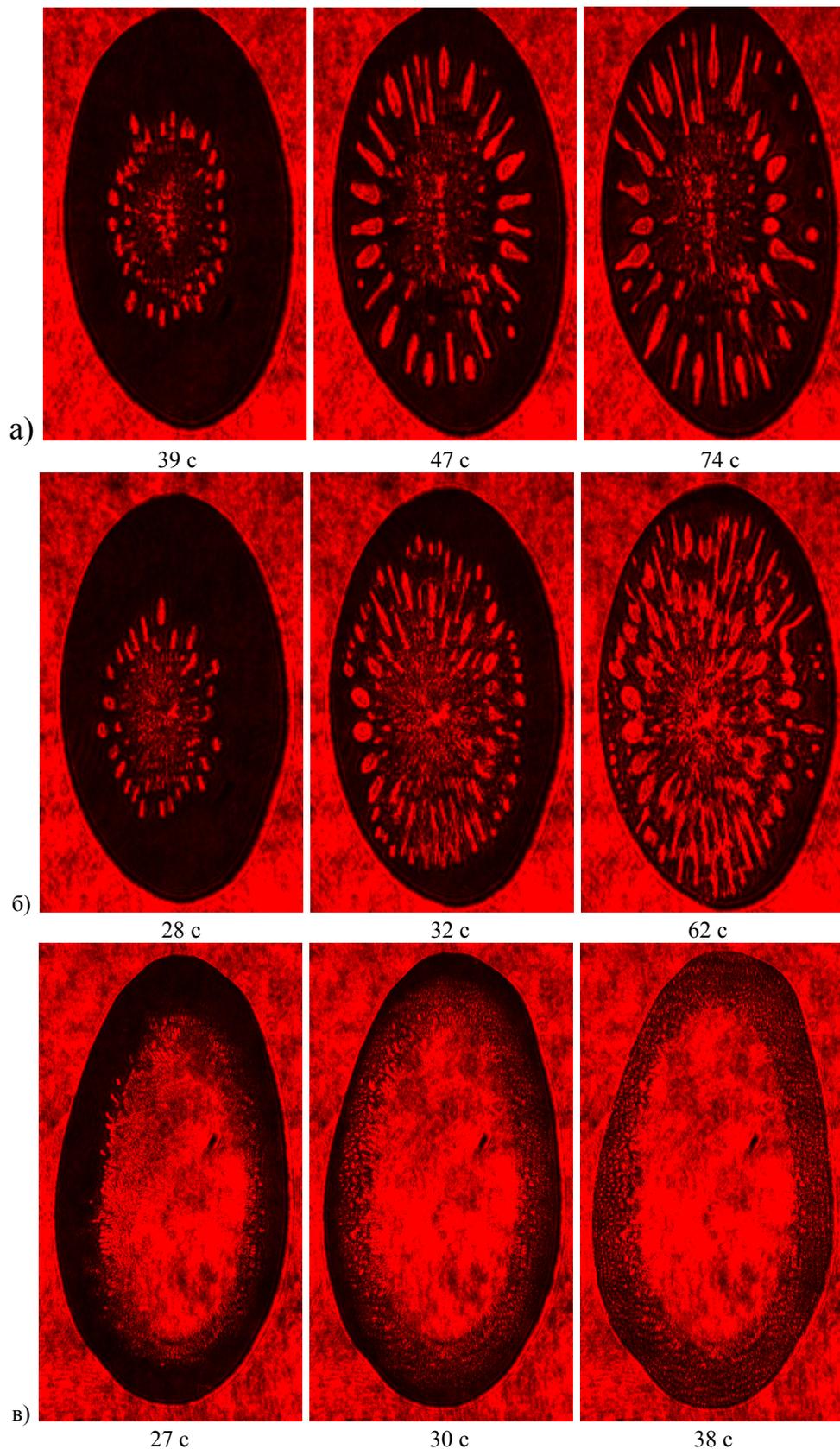


Рис. 5. Примеры изображений контактного слоя кристаллизующейся капли с призмой для разных моментов времени (от начала охлаждения), полученные с помощью метода НПВО при величине зазора между призмой и элементом Пельтье: а) 1,5 мм, б) 1,0 мм, в) 0,5 мм

Если величина зазора составляла 0,1 мм, то капля растекалась тонкой пленкой внутри этого зазора. В этом случае при ее охлаждении происходило образование практически ровного фронта кристаллизации, который двигался от одного края призмы к другому.

На рис. 6 показана полученная в результате обработки изображений [6] зависимость температуры пограничного слоя охлаждаемой капли дистиллированной воды объемом 10 мкл от времени (кривая 1). Для сравнения на том же рисунке приведена зависимость температуры поверхности элемента Пельтье от времени, полученная с помощью термопары (кривая 2).

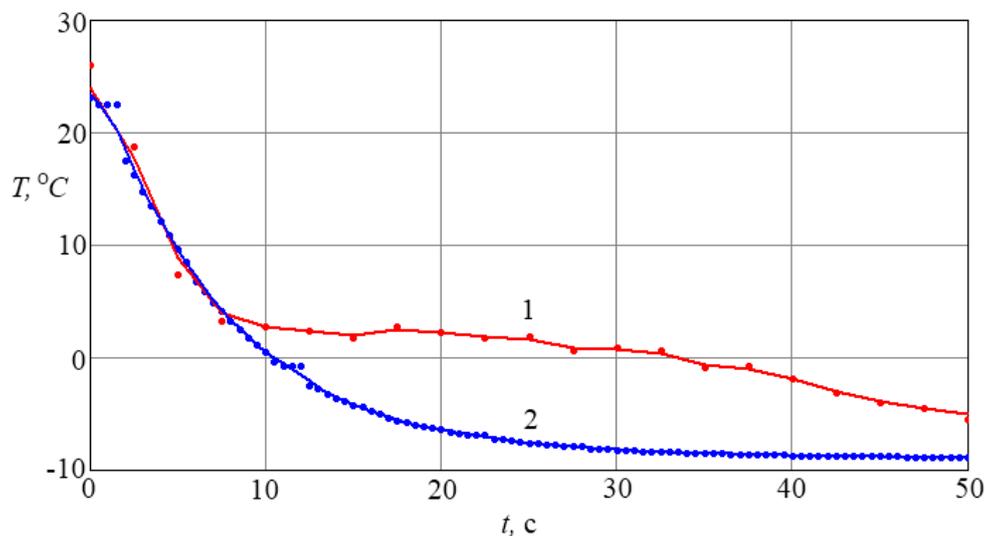


Рис. 6. Графики зависимости температуры от времени: 1 – для пограничного слоя капли воды, 2 – для поверхности элемента Пельтье

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создана установка для визуализации фазовых переходов в пограничном слое жидкости. При проведении экспериментов визуализации процесса кристаллизации капли дистиллированной воды на поверхности элемента Пельтье с помощью метода нарушенного полного внутреннего отражения широкого лазерного пучка, были выявлены следующие особенности:

- контактный слой капли с призмой имеет разную структуру при кристаллизации для разных высот капли; высота капли в экспериментах определялась зазором между элементом Пельтье и измерительной призмой;
- при уменьшении зазора капля становится тонкой пленкой и в ней при замерзании происходит распространение фронта кристаллизации;
- в отличие от наблюдения в микроскоп, метод НПВО позволяет определить, в каком месте капли находится каждая из фаз – воздух, вода и лед – по соответствующему коэффициенту отражения.

Метод позволяет визуализировать динамику фазовых переходов.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнялась при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 12-08-31208).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Лейкин М.В., Молочников Б.И.** Отражательная рефрактометрия. – Л.: «Машиностроение», 1983.
2. **Павлов И.Н., Ринкевичюс Б.С., Толкачев А.В.** Лазерный визуализатор неоднородности пристеночных слоев жидкости // Измерительная техника, 2010, №10. С. 33-35.
3. **Павлов И.Н.** Особенности визуализации перемешивания жидкостей по нарушенному полному внутреннему отражению // Научно-техническая конференция-семинар по фотонике и информационной оптике: сборник научных трудов. М.: НИЯУ МИФИ, 2011. С. 30.
4. **Pavlov I.N., Rinkevichyus B.S., Tolkachev A.V.** Visualization of physical processes in liquid drops on horizontal surface // 15th International Symposium on Flow Visualization, Minsk, Belarus, ISSN 978-5-8279-0093-1, 2012, CD, paper No. 018, 8 pp.
5. **Emily B. Moore & Valeria Molinero.** Structural transformation in supercooled water controls the crystallization rate of ice // Nature 479, 2011, pp. 506–508.
6. **Павлов И.Н.** Оптико-электронный комплекс для визуализации физических процессов в пристеночном слое жидкости. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. – М.: МЭИ, 2013.

I.N. Pavlov, B.S. Rinkevichyus

*National Research University "MPEI", Russia,
111250, Moscow, Krasnokazarmennaya st., 14, E-mail: inpavlov@bk.ru*

VISUALIZATION OF WATER DROPLET CRYSTALLIZATION BY FTIR OF WIDE COLLIMATED LASER BEAM

The paper describes the application of the frustrated total internal reflection (FTIR) method for visualization and research the crystallization of thin (few hundreds nanometers) boundary layer of liquid films between horizontal surfaces of a glass prism and Peltier element. The description of the experimental setup for this experiments is given. Experimental results and discussion are shown.

FRUSTRATED TOTAL INTERNAL REFLECTION, VISUALIZATION, CRYSTALLIZATION