

УДК 535.31 : 681.7.001

## ВИЗУАЛИЗАЦИЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПОГРАНИЧНОГО СЛОЯ КАПЛИ ВОДЫ МЕТОДОМ НАРУШЕННОГО ПОЛНОГО ВНУТРЕННЕГО ОТРАЖЕНИЯ ШИРОКОГО КОЛЛИМИРОВАННОГО ЛАЗЕРНОГО ПУЧКА\*

И. Н. Павлов, А. В. Толкачев

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

Описаны результаты обработки экспериментальных данных, полученных при исследовании процесса охлаждения и кристаллизации тонкого пограничного слоя дистиллированной воды методом нарушенного полного внутреннего отражения широкого коллимированного лазерного пучка в целях определения зависимости температуры этого слоя от времени.

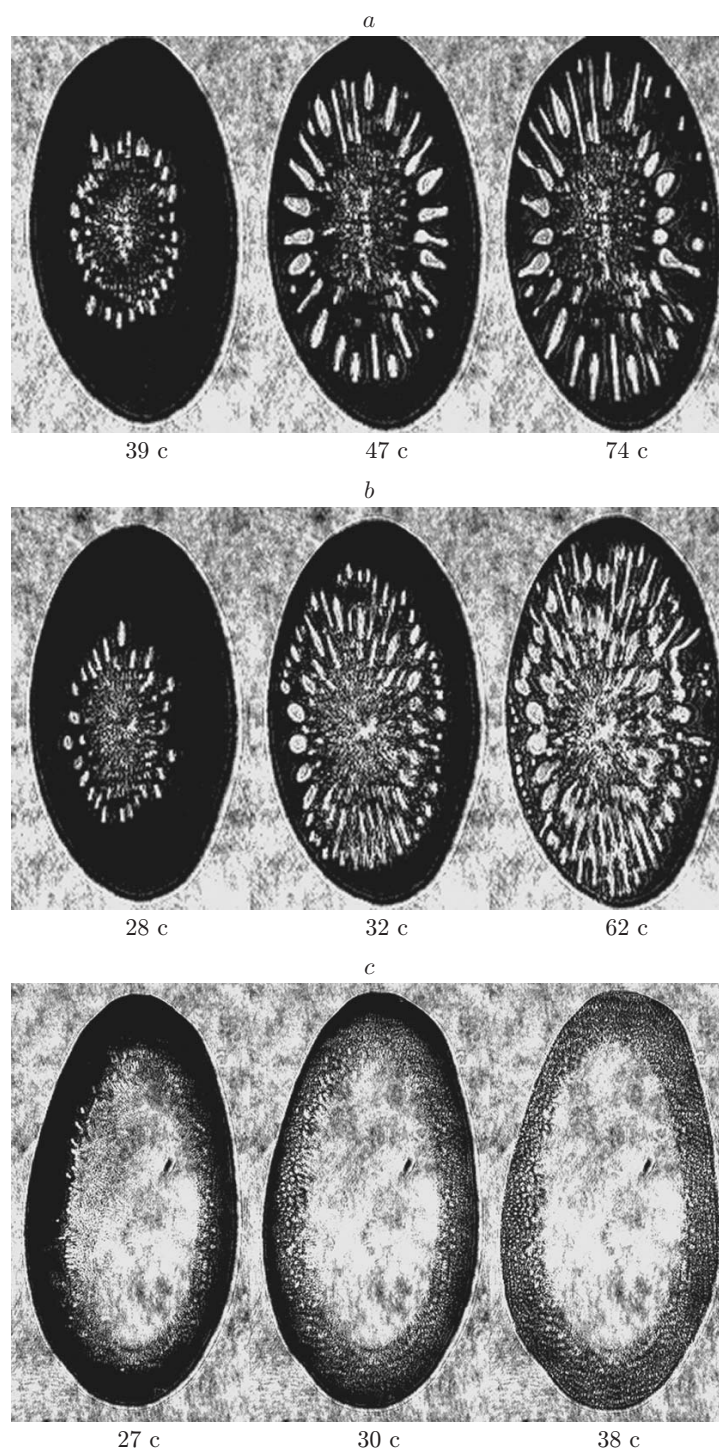
*Ключевые слова:* нарушенное полное внутреннее отражение, визуализация, кристаллизация.

**Введение.** Фазовые переходы, в частности процессы кристаллизации жидкостей, играют важную роль в работе многих приборов и устройств. Несмотря на многочисленные исследования, механизм процесса кристаллизации даже такой жидкости, как вода, раскрыт не до конца [1]. В целях диагностики процессов кристаллизации при охлаждении и испарении капель различных жидкостей и растворов в данной работе применён метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) расширенного и сколлимированного лазерного пучка. Для этого создана установка [2], которая успешно использовалась при проведении ряда экспериментов по визуализации испарения, охлаждения и растекания капель жидкости на поверхности измерительной призмы [3]. Она была адаптирована к экспериментальным исследованиям кристаллизации капель жидкости, находящихся в контакте с измерительной призмой. Метод НПВО известен достаточно давно [4], он позволяет визуализировать изменение показателя преломления контактирующей с призмой среды на расстоянии порядка сотен нанометров с чувствительностью по показателю преломления в четвёртом знаке после запятой. Суть метода и принцип работы экспериментальной установки подробно описаны в работах [2, 3, 5]. Особенность созданной установки состоит в том, что она даёт возможность получать пространственное распределение показателя преломления по площади пятна контакта призмы с исследуемой средой, а не локальные или интегральные измерения. Далее, по известной эмпирической зависимости показателя преломления от температуры определяется зависимость средней или локальной температуры пограничного слоя жидкости от времени.

Данная работа обусловлена необходимостью реализации этих функциональных возможностей метода НПВО.

**Результаты исследований.** Примеры полученных изображений для разных значений зазора между призмой и элементом Пельтье, т. е. для разных высот капли, приведены на рис. 1. Объём капли составлял 10 мкл. Из рисунков видно, что контактный слой кап-

\*Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 12-08-31208-мол-а, № 14-08-00948-а).



*Рис. 1.* Примеры изображений контактного слоя кристаллизирующейся капли с призмой для разных моментов времени (от начала охлаждения), полученные с помощью метода НПВО при величине зазора между призмой и элементом Пельтье: *a* — 1,5 мм, *b* — 1,0 мм, *c* — 0,5 мм

ли с призмой имеет различную структуру при кристаллизации для разных высот капли. Для больших значений (1–1,5 мм) величины зазора между призмой и элементом Пельтье, куда помещается капля, образуются крупные, радиально направленные пузырьки воздуха в виде вытянутых эллипсов в контактном слое с призмой (призма расположена сверху капли). Для меньших значений величины зазора (0,3–0,7 мм) формируется мелкоячеистая структура (вкрапления пузырьков воздуха во льду) по краям капли, а в центре — большой пузырь воздуха, который не нарушает полного внутреннего отражения (ПВО) в такой ситуации. В отличие от наблюдения за кристаллизацией капли в микроскоп метод НПВО позволяет определить, в каком месте капли находится каждая из фаз (воздух, вода и лёд), по соответствующему коэффициенту отражения, что отмечается и визуально (см. рис. 1). Если величина зазора составляла 0,1 мм, то капля растекалась тонкой плёнкой внутри этого зазора. В таком случае при её охлаждении происходило образование практически ровного фронта кристаллизации, который двигался от одного края призмы к другому.

Алгоритм обработки картин визуализации тот же, что и для других рефлектографических изображений [5], но с учётом распределения усреднения показателя преломления по сечению капли. Суть алгоритма состоит в следующем. По полученным в эксперименте картинам визуализации измеряется коэффициент контрастности рефлектографической картины  $M$ , равный отношению разности интенсивностей отражённого света при ПВО  $I_1$  и при нарушении ПВО  $I_2$  к  $I_1$ :

$$M = \frac{I_1 - I_2}{I_1} = 1 - \rho_{\parallel}, \quad (1)$$

и по его значению находится разность показателей преломления. Для этого берутся два изображения: опорное, полученное без капли, и рефлектографическое, полученное при отражении пучка от границы раздела с НПВО из-за наличия оптической неоднородности. В этом случае угол падения пучка подбирается равным критическому углу ПВО для границы раздела призмы с жидкостью при известной, например комнатной, температуре. Типичный график зависимости интенсивности отражённого излучения от продольной координаты в сечении пучка показан на рис. 2 [6].

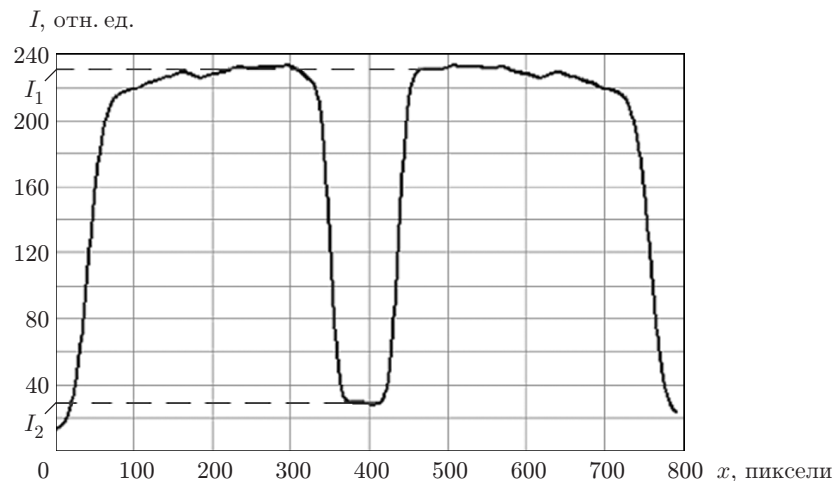


Рис. 2. График зависимости усреднённой интенсивности от координаты в поперечном сечении пучка

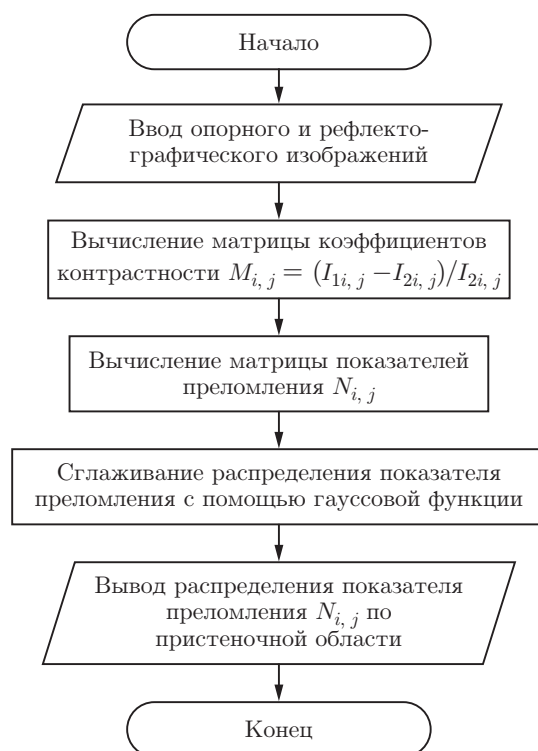


Рис. 3. Блок-схема алгоритма обработки картин визуализации

Второе изображение вычитается из первого, и вычисленные значения нормируются на соответствующие значения в опорном изображении. Получается матрица коэффициента контрастности в каждой точке изображения, размерность которой совпадает с разрешением изображений. По значению коэффициента контрастности определяется отклонение показателя преломления воды от базового значения, измеряемого с помощью рефрактометра при известной температуре. Блок-схема алгоритма приведена на рис. 3.

Зная зависимость коэффициента контрастности от показателя преломления жидкости (рассчитывается по формулам Френеля) и имея матрицу коэффициента контрастности, можно получить распределение показателя преломления по плоскости изображения (т. е. вдоль границы раздела) или по сечению изображения. При автоматической обработке изображений с помощью созданной программы для каждого пикселя решается уравнение, в левой части которого записывается выражение коэффициента отражения по формуле Френеля, в правой — единица минус коэффициент контрастности. Уравнение решается относительно значения показателя преломления жидкости в данной точке плоскости контакта. В результате работы программы получается матрица, которая показывает распределение показателя преломления жидкости по плоскости контакта с призмой. По известной эмпирической зависимости показателя преломления воды от температуры [7] можно определить среднее или локальное значение температуры пограничного слоя капли в любой момент времени.

На рис. 4 показана полученная в результате обработки изображений по приведённому выше алгоритму зависимость усреднённой температуры пограничного слоя охлаждаемой капли дистиллированной воды объёмом 10 мкл от времени (кривая 1). Для сравнения дана зависимость температуры поверхности элемента Пельтье от времени, найденная с помощью термопары (кривая 2). Из рисунка видно, что кривые достаточно хорошо совпадают в начале процесса охлаждения, но при приближении температуры к значению

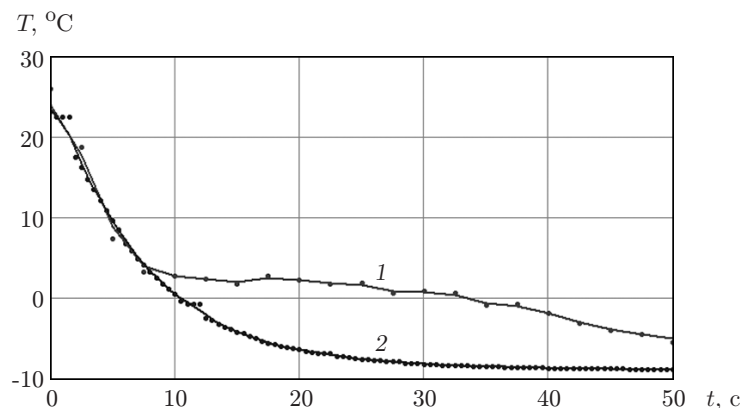


Рис. 4. Графики зависимости температуры от времени: кривая 1 — для пограничного слоя капли воды, кривая 2 — для поверхности элемента Пельтье

0 °C кривые расходятся, так как в капле начинается процесс кристаллизации, который, как известно, происходит при постоянной температуре, а поверхность элемента Пельтье продолжает охлаждаться.

**Заключение.** Создана установка для визуализации фазовых переходов в пограничном слое жидкости. При проведении экспериментов по визуализации процесса кристаллизации капли дистиллированной воды на поверхности элемента Пельтье с помощью метода нарушенного полного внутреннего отражения широкого лазерного пучка было выявлено, что контактный слой капли с призмой имеет разную структуру при кристаллизации для разных высот капли, которые в экспериментах определялись зазором между элементом Пельтье и измерительной призмой. При уменьшении зазора капля становится тонкой плёнкой и в ней при замерзании происходит распространение фронта кристаллизации. В отличие от наблюдения капли в микроскоп метод НПВО даёт возможность установить, в каком месте капли находится каждая из фаз (воздух, вода и лёд), по соответствующему коэффициенту отражения лазерного пучка, визуализировать динамику фазовых переходов и в случае с другими прозрачными жидкостями, а также измерять распределения температуры в пограничных слоях жидкости.

Авторы выражают благодарность проф. Б. С. Ринкевичюсу за полезные советы при обсуждении полученных результатов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Moore E. B., Molinero V. Structural transformation in supercooled water controls the crystallization rate of ice // *Nature*. 2011. **479**. P. 506–508.
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., Ринкевичюс Б. С., Толкачев А. В. Визуализация процессов кристаллизации в поверхностном слое капли воды // *Метрология*. 2013. № 3. С. 11–17.
4. Лейкин М. В., Молочников Б. И. Отражательная рефрактометрия. Л.: Машиностроение, 1983. 223 с.
5. Павлов И. Н. Оптико-электронный комплекс для визуализации физических процессов в пристеночном слое жидкости: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. М.: МЭИ, 2013. 20 с.

6. **Pavlov I. N., Rinkevichyus B. S.** Near-wall liquid flows visualization on frustrated total internal reflection // Optical Memory and Neural Networks (Information Optics). 2009. **18**, N 4. P. 322–327.
7. **Евтихиева О. А., Расковская И. Л., Ринкевичюс Б. С.** Лазерная рефрактография. М.: Физматлит, 2008. 176 с.

*Поступило в редакцию 25 декабря 2013 г.*

---