

УДК 536.022 : 023.001.5

В. Д. Анцыгин, С. Ю. Глазков, Л. В. Глазкова, В. А. Гусев, А. А. Соколов  
(Новосибирск)

**БЕСКОНТАКТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ  
КОЭФФИЦИЕНТА ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ  
МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ВОЛН**

Предложен бесконтактный метод измерения коэффициента температуропроводности. Метод основан на регистрации изменения длины оптического пути светового луча при распространении в образце температурной волны. Возможности метода продемонстрированы на кристаллах флюорита, сапфира и синтетического алмаза.

Применение лазерных, нелинейно-оптических кристаллов, сильно анизотропных материалов и структур стимулирует развитие старых и поиск новых методов теплофизических измерений. В последнее время наиболее широкое распространение получил метод температурных волн, который может применяться в широком интервале температур и давлений, при различных химических и физических средах, окружающих образец [1]. Вне зависимости от способа возбуждения и регистрации температурных волн теплофизические свойства материала (обычно коэффициент теплопроводности  $\kappa$  и удельная теплоемкость  $C_p$ ) определяются по амплитуде и фазе волны. Из-за простоты интерпретации результатов измерений все более распространенным становится так называемый метод плоских волн, когда плоские температурные волны создаются периодическим однородным нагревом передней плоскости образца, а регистрация их осуществляется на задней плоскости исследуемого объекта. Если пренебречь искажением изотермических поверхностей за счет неоднородности теплового потока и бокового теплообмена образца с окружающей средой, то из одномерной модели распространения тепла следует, что приращение фазы температурной волны  $\varphi_{\text{ПВ}}$  составляет [2]:

$$\varphi_{\text{ПВ}} = x\sqrt{\omega/2a}, \quad (1)$$

где  $x$  — расстояние от нагреваемой плоскости в глубь образца,  $\omega = 2\pi f$ ,  $f$  — частота модуляции теплового потока,  $a = \kappa/C_p\rho$  — коэффициент температуропроводности,  $\rho$  — плотность материала. При этом длина температурной волны  $\lambda_{\text{ПВ}}$  связана с частотой модуляции соотношением

$$\lambda_{\text{ПВ}} = 2\pi\sqrt{2a/\omega}, \quad (2)$$

а амплитуда плоской волны убывает с ростом  $x$  как  $\exp(-2\pi x/\lambda_{\text{ПВ}})$ .

В зависимости от способа возбуждения и регистрации температурных волн измерения могут быть контактными и бесконтактными.

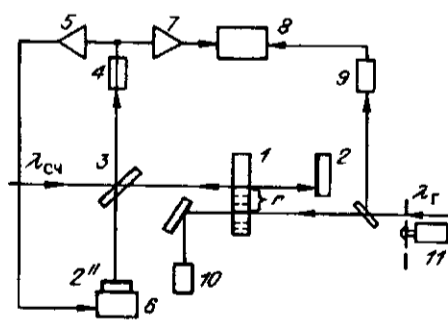
Контактные методы применимы только для хорошо проводящих сред и выполняются при весьма низких частотах модуляции. В этих измерениях для обеспечения приемлемых чувствительности и точности используются частоты, не превышающие  $\omega = 10(2a/L^2)$  [3], где  $L$  — толщина образца.

Бесконтактные методы изучения теплофизических свойств обычно основываются на периодическом или импульсном нагреве одной стороны исследуемого образца (например, лазерным излучением или потоком частиц) и регистрации температуры противоположной стороны с помощью ИК-радиометра. В ряде случаев для определения параметров температурных волн используются изменения показателя преломления, обусловленные температурным полем. Так, в [4, 5] для измерения коэффициента температуропроводности бесконтактным методом применяется эффект «миража». В этом методе распределение температуры на поверхности исследуемого объекта восстанавливается по градиенту показателя преломления в примыкающем к ней слое воздуха. Величина и изменения этого градиента во времени определяются по отклонению пробного светового луча от направления его первоначального распространения. Обладая высоким пространственным разрешением, этот метод имеет существенный недостаток в том, что использование окружающей среды для регистрации сильно ограничивает температурный интервал и точность измерений.

В данной работе предлагается бесконтактный метод измерения коэффициента температуропроводности, основанный на регистрации локальных изменений длины оптического пути светового луча, проходящего через образец, при распространении в его объеме температурной волны.

На рис. 1 представлена блок-схема устройства, реализующего предлагаемый способ измерений. Лазерное излучение (с длиной волны  $\lambda_l$ ), модулированное с помощью вращающегося диска с отверстием 11 по амплитуде с частотой  $f$ , поглощается в образце 1 и возбуждает в нем температурные волны. Изменение длины оптического пути пробного пучка в образце на расстоянии  $r$  от оси греющего луча регистрируется с помощью интерферометра Майкельсона, в одном из плеч которого находится исследуемый объект. Интерферометр, образованный зеркалами 2, 2" со 100 %-ным отражением и полупрозрачным зеркалом 3, работает на длине волны  $\lambda_{сч}$ . Для стабилизации рабочей точки используется отрицательная обратная связь: сигнал с фотоприемника 4, регистрирующего интерференционную картину, усиливается широкополосным усилителем 5 и подается на пьезоэлектрический преобразователь 6, жестко связанный с зеркалом 2". Одновременно сигнал с фотоприемника 4 на частоте  $f$  усиливается селективным усилителем 7 и поступает на фазоизмерительное устройство 8, в опорный канал которого подается сигнал с фотоприемника 9, несущий информацию о фазе модуляции греющего пучка (10 — поглотитель).

Предлагаемый метод основан на том, что изменение длины оптического пути светового луча определяется изменением температуры в образце. Рассмотрим геометрию задачи (рис. 2): нагрев образца осуществляется модулированным с частотой  $f$  лазерным пучком с длиной волны  $\lambda_l$ , проходящим по оси Z. Излучение поглощается в образце и возбуждает в нем температурные волны, которые регистрируются пробным пучком с длиной волны  $\lambda_{сч}$ , проходящим параллельно греющему пучку на расстоянии  $r$  от него. Изменение длины оптического пути пробного пучка в образце складывается из двух слагаемых: первое обусловлено изменением показателя преломления  $n$  с температурой  $T$ , а второе — тепловым расширением образца:



$$\Phi = \Delta L T = \left( \frac{\partial n}{\partial T} \right) L + \left( \frac{\partial L}{\partial T} \right) n \Delta T. \quad (3)$$

Если преобразовать изменение длины оптического пути в электрический сигнал, например, интерферометрическим методом так, чтобы

Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки

Рис. 2. Геометрия задачи

он был пропорционален  $\Phi$ , то амплитуда регистрируемого сигнала на частоте  $f$  будет соответствовать фазе  $T_\omega$ :

$$\varphi_\omega = AT_\omega, \quad (4)$$

где  $A = \Phi/\Delta T$ .

В случае неоднородного распределения температуры вдоль оси  $Z$

$$\varphi_\omega = A \int_0^L T_\omega dZ. \quad (5)$$

Для анализа поведения  $\varphi_\omega$  в разных экспериментальных условиях рассмотрим несколько предельных случаев: распространение тепла от периодически нагреваемых плоскости, нити и точки, но сначала определим условия, при которых теплоотвод через переднюю и заднюю поверхности образца можно пренебречь. Например, при нагреве нитью за период модуляции  $\tau = 2\pi/\omega$  тепло растекается на расстояние  $R \approx \sqrt{\alpha\tau}$ , при этом площади нагретых передней и задней поверхностей  $S_{out} = 2\pi R^2 = 2\pi\alpha\tau$ . В вакууме теплоотвод осуществляется излучением и равен  $W_{out} = 4\sigma T^3\Delta TS_{out}$ , где  $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-12}$  Вт  $\cdot$  см $^{-2}$ К $^{-4}$  — постоянная Стефана — Больцмана. В то же время теплоотвод в глубь образца составляет:

$$W_{int} \approx \kappa S_{бок}\Delta T \approx \kappa 2\pi RL\Delta T.$$

Теплоотводом через торцевые поверхности образца можно пренебречь, если выполняется неравенство  $W_{out} \ll W_{int}$ , т. е. при

$$4\sigma T^3(\alpha\tau)^{1/2} \ll \kappa L. \quad (6)$$

Для теплоотвода через грани образца за счет конвекции можно написать:  $W_{out} \approx B\Delta TS_{out}$ , где  $B \approx 2,2 \cdot 10^{-4}$  Дж/см $^2$  для воздуха [2]. В этом случае теплоотводом можно пренебречь на частотах, удовлетворяющих неравенству

$$B(\alpha\tau)^{1/2} \ll \kappa L. \quad (7)$$

Подобные оценки можно получить и для случаев распространения тепла от плоскости и точки [1]. Всюду ниже будем предполагать, что условия (6) и (7) выполнены.

В плоском (одномерном) случае при периодическом нагреве поверхности распределение температур, как известно, будет следующим [2]:

$$T_\omega = \exp(-kx - ikx)\exp(i\omega t), \quad k = \sqrt{\omega/2a}. \quad (8)$$

Из (8) видно, что фаза температуры совпадает с фазой плоской волны (ср. с формулой (1)), а амплитуда этой волны спадает в  $e$  раз уже на одном периоде.

Рассмотрим поведение фазы цилиндрической волны, возникающей при распространении в образце тепла от периодически нагреваемой нити. В предельном случае при отсутствии затухания по  $Z$  распределение температуры имеет вид [2]:

$$T_\omega = \exp(i\omega t)K_0(\sqrt{i\omega/ar})/(4\pi a), \quad (9)$$

где  $K_0$  — модифицированная функция Бесселя.

Для больших  $r$  в (9) амплитуда переменной части температуры аппроксимируется как  $\exp(-kr)/\sqrt{r}$ , а фаза — как  $\varphi_{цв} = kr + \pi/8$ .

На рис. 3 (кривая 1) приведена разность фаз между цилиндрической и плоской волнами:  $\delta\varphi_1 = \varphi_{цв} - \varphi_{пв} - \pi/8$ . Видно, что для расстояний  $r > 0,2\lambda_{пв}$  (соответственно для измеренной фазы  $\varphi_{цв} > 72^\circ$ ) отклонение от линейности не превышает  $2^\circ$ .

В случае большого поглощения по  $Z$  задача сводится к нагреву образца точечным поверхностным источником в месте падения греющего пучка. Распределение температуры в этом случае [2]

$$T_0 = \exp(-kr - ikr)\exp(i\omega t)/(4\pi ar). \quad (10)$$

Здесь фаза полусферической волны  $\varphi_{св} = kr$  совпадает с фазой плоской волны, а амплитуда уменьшается при росте  $r$  как  $\exp(-kr)/r$ . Поскольку измеряется сигнал, усредненный по толщине образца  $L$ , то фазу его можно определить из выражения

$$\operatorname{tg}\varphi = \langle \cos(kr)\exp(-kr) \rangle / \langle \sin(kr)\exp(-kr) \rangle, \quad (11)$$

где  $\langle \dots \rangle$  — усреднение по толщине образца.

На рис. 3 (кривая 2) представлена разность фаз  $\delta\varphi_2 = \varphi_{св} - \varphi_{пв}$ . Видно, что для расстояний  $r > 0,1\lambda_{пв}$  отклонение  $\varphi_{св}$  от линейной зависимости не превышает  $2^\circ$ .

В случае промежуточных значений коэффициента поглощения греющего излучения задача определения фазы температурной волны усложняется, однако можно утверждать, что решение будет лежать между кривыми 1 и 2 на рис. 3, представляющими предельные случаи малого  $\alpha L \ll 1$  (кривая 1) и большого  $\alpha L \gg 1$  (кривая 2) поглощений.

Для проверки возможностей предлагаемой методики выполнены измерения коэффициентов температуропроводности различных материалов с хорошо известными свойствами: флюорита ( $\text{CaF}_2$ ) с низкой температуропроводностью ( $a = 0,032 \text{ см}^2/\text{с}$ ) и малым поглощением на длине волны  $\lambda_r = 10,6 \text{ мкм}$  ( $\alpha \approx 3 \text{ см}^{-1}$ ) [6], сапфира ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) с температуропроводностью ( $a_{||} = 0,083 \text{ см}^2/\text{с}$ ,  $a_{\perp} = 0,076 \text{ см}^2/\text{с}$ ) и сильным поглощением ( $\alpha > 10^3 \text{ см}^{-1}$ ) [6], а также синтетических алмазов с высоким значением теплопроводности и малым поглощением на длине волны  $10,6 \text{ мкм}$  ( $\alpha \leq 2 \text{ см}^{-1}$ ). Толщины кристаллов лежат в пределах  $1,5\text{—}3,0 \text{ мм}$ .

В измерениях в качестве пробного пучка использован луч He—Ne-лазера ( $\lambda_{сч} = 0,63 \text{ мкм}$ ). Нагрев образца осуществлялся излучением  $\text{CO}_2$ -лазера ( $\lambda_r = 10,6 \text{ мкм}$ ). Модуляция интенсивности греющего пучка выполнялась с помощью вращающегося диска с отверстиями, частота модуляции составляла 3 Гц при измерениях температуропроводности  $\text{CaF}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и 131 Гц при измерениях на синтетическом алмазе. Результаты измерения фазы темпера-

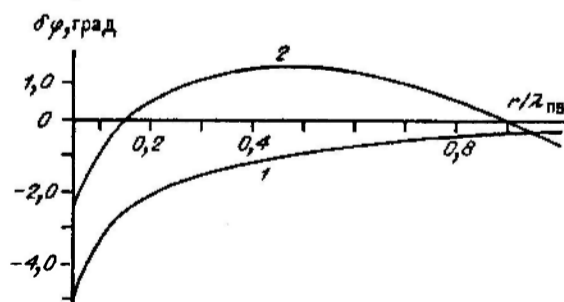


Рис. 3. Разность фаз между цилиндрической и плоской (1) и сферической и плоской (2) волнами. (Расчетная зависимость)

Рис. 4. Зависимость фазы от расстояния между греющим и считывающим лучами:  
 1 —  $\text{CaF}_2$ ; 2 —  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\parallel$  с-оси); 3 —  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\perp$  с-оси); 4 — синтетический алмаз

турной волны в зависимости от расстояния  $r$  между греющим и пробным пучками для этих материалов представлены на рис. 4.

Из рис. 4 видно, что экспериментальные значения фазы, полученные на материалах с широким диапазоном коэффициентов теплопроводности и поглощения, хорошо аппроксимируются линейными зависимостями, что соответствует модельным оценкам, представленным на рис. 3. Наклон экспериментальных кривых дает значения коэффициентов температуропроводности:  $0,03 \text{ см}^2/\text{с}$  ( $\text{CaF}_2$ );  $a_{\parallel} = 0,086$  и  $a_{\perp} = 0,078 \text{ см}^2/\text{с}$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) и  $9,1 \text{ см}^2/\text{с}$  для синтетического алмаза.

Полученные экспериментальные значения хорошо согласуются со справочными данными.

Отклонение от линейной зависимости при малых  $r$  обусловлено, по-видимому, эффектом тепловой линзы, поскольку оно в основном наблюдается на материале с сильным поглощением ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

#### ВЫВОДЫ

Предложен бесконтактный метод измерения коэффициентов температуропроводности, основанный на регистрации локальных изменений длины оптического пути светового луча через образец при распространении в его объеме температурной волны.

Показано, что в широком диапазоне значений коэффициентов температуропроводности ( $0,02$ — $10 \text{ см}^2/\text{с}$ ) изменение фазы температурной волны в зависимости от расстояния между греющим и пробным пучками хорошо аппроксимируется линейной зависимостью. Это позволяет использовать приближение плоской волны для определения значений коэффициента температуропроводности материалов.

Авторы выражают благодарность Ю. Н. Пальянову за предоставленный для измерений образец синтетического алмаза.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Филиппов Л. П. Измерение теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева.—М.: МГУ, 1984.
2. Карслоу Г., Егер Д. Теплопроводность твердых тел.—М.: Наука, 1964.
3. Гусев В. Э., Карабутов А. А. Лазерная оптоакустика.—М.: Наука, 1991.
4. Anthony T. R., Banholzer W. F., Fleischer J. F. et al. Thermal diffusivity of isotopically enriched  $^{12}\text{C}$  diamond // *Phys. Rev.*—1990.—В42, N 2.—P. 1104.
5. Perrin B., Quelin X., Mangeot B. et al. Photothermal study of anisotropic media // *Phonon Scattering in Condensed Matter VII.*—Berlin: Springer Verlag, 1993.—P. 57.
6. Воронкова Е. М., Гречушников Б. И., Дистлер Г. И., Петров И. П. Оптические материалы для инфракрасной техники.—М.: Наука, 1965.

Поступила в редакцию 7 декабря 1993 г.

