

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ ЛАЗЕРНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК НЕОДНОРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ*

А.А. Уймин, Д.Ф. Низамутдинов, А.А. Старостин

Институт теплофизики УрО РАН

Представлена членом редколлегии профессором С.В. Пономаревым

Ключевые слова и фразы: локальные теплофизические измерения; распределенный оптоволоконный приемник; субмикро- и нанокристаллические структуры; температурные волны; температуропроводность; термомодуляционная лазерная эллипсометрия.

Аннотация: Представлен метод и автоматизированная установка для исследования температуропроводности неоднородных материалов. Метод сочетает в себе принципы температурных волн, термомодуляционной лазерной эллипсометрии, регистрацию диагностирующего излучения с помощью многоэлементного приемника с распределенным волоконно-оптическим входом. Применение метода для исследования локальных теплофизических свойств продемонстрировано на образце стали с неоднородной субмикро- и нанокристаллической структурой.

Введение

Исследования последних лет показали, что использование излучения лазеров в качестве считывающих устройств позволяет создавать принципиально новые приборы для измерения свойств веществ в малых объемах. По изменению параметров диагностирующего лазерного излучения (мощность, направление распространения, поляризация, длина волны) можно получить информацию о физических свойствах исследуемого вещества или о процессах, происходящих в нем с локальностью в единицы микрометров.

Разрабатывается методика измерения теплофизических свойств неоднородных (композиционных и структурированных) материалов, основанная на принципах лазерной диагностики. Она сочетает в себе метод температурных волн и считывание параметров переменного температурного поля отраженным излучением зондирующего полупроводникового лазера ($\lambda = 0,65$ мкм), включенного в схему нуль-эллипсометра, по синхронному с полем изменению вектора поляризации (метод лазерной термомодуляционной эллипсометрии) [2]. Разработанное оборудование для реализации этой методики отличается высокой локальностью измерений, обусловленная малой областью теплового воздействия, осуществляемого сфокусированным лазерным излучением, и малой областью считывания при диагностировании пробным излучением возникающих переменных температурных полей. Высокая локальность измерений позволяет измерять теплофизические свойства

* Избранные доклады Международной теплофизической школы МТФШ-6, Тамбов, ТГТУ, 2007 г.

существенно неоднородных материалов или переходных контактных зон между различными материалами.

При определении температуропроводности методом Ангстрема [5] и считывании параметров температурного поля излучением диагностирующего лазера может быть реализовано две различных методики измерения. В первой, ранее реализованной методике, определение амплитудной и фазовой зависимостей осуществлялось сканированием пучка диагностирующего лазера относительно области нагрева на образце [2, 3]. К существенным недостаткам сканирующих устройств, реализующих данный метод, можно отнести дополнительную погрешность, связанную с точностью перемещения координатного стола и относительно низкую скорость проведения измерений. Последний фактор значительно затрудняет проведение измерений в режиме динамического нагрева. Представленная в настоящей статье методика и устройство позволяют отказаться от пространственного сканирования путем использования многоэлементного пространственно-распределенного приемника и диагностирования поля температур в широком пучке пробного излучения.

Методика

Схема модифицированного метода термомодуляционной лазерной эллипсометрии (ТМЛЭ) с пространственно распределенным приемником представлена на рис. 1. Область диагностирования на образце значительно шире области нагрева, что позволяет определить распределение переменного поля температур на поверхности вблизи нее путем измерения амплитуды и фазы в отраженном от элемента поверхности излучении диагностирующего лазера многоэлементным приемником.

Из численного решения теплофизической задачи [3] для локального модулированного нагрева плоского диска пространственно ограниченным тепловым источником при отношении радиуса области нагрева b к толщине диска l от 0,2 до 0,5 следует, что вблизи нагреваемой области на расстояниях порядка радиуса b от края нагреваемой области численное решение для зависимости фазы и логарифма относительной амплитуды температурной волны от расстояния на поверхности

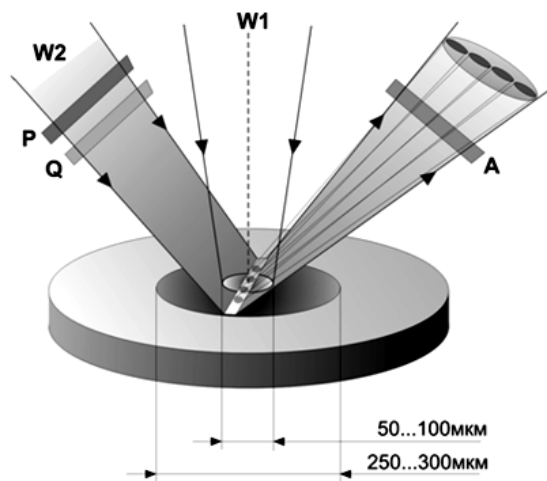


Рис. 1. Схема метода ТМЛЭ:

W1 – греющее лазерное излучение; W2 – диагностирующее лазерное излучение;
P, Q, A – поляризатор, компенсатор, анализатор эллипсометра соответственно

можно аппроксимировать линейными функциями с погрешностью 1...1,5 %. Изменение значения критерия Предводителя Z ($Z = (\omega/a)^{1/2}l$, где a – температуропроводность, ω – круговая частота) составляет от 2 до 5. Широкий диапазон допустимого изменения значений параметра Z при проведении измерений позволяет выбрать частоту модуляции, при которой пространственная область линейной зависимости фазы и амплитуды ТВ от расстояния значительно больше размера сфокусированного диагностирующего пучка на поверхности измеряемого образца, а их относительное изменение достаточно велико по сравнению со значениями на краю области определения. В таких оптимизированных условиях постановки эксперимента относительная погрешность определения температуропроводности амплитудным или фазовым методом Ангстрема может составлять 5...7 % [3]. При использовании многоэлементного приемника и слабо сфокусированного излучения диагностирующего лазера такие же условия реализуются для элемента поверхности на образце, являющегося проекцией приемной апертуры элемента распределенного приемника.

Установка

На рис. 2. приведена принципиальная схема установки, которая реализует метод лазерной термомодуляционной эллипсометрии [2] с многоэлементным регистрирующим устройством. Излучение греющего одномодового твердотельного лазера Nd-ИАГ с полупроводниковой накачкой и преобразованием частоты во вторую гармонику с постоянной мощностью до 400 мВт на длине волны 532 нм модулируется по амплитуде электрооптическим модулятором МЛ-102А. Глубина модуляции лазерного излучения составляет 95 % в области частот модуляции от 50 Гц до 50 кГц. Модулированное излучение вводится в оптоволокно с диаметром световедущей жилы 100 мкм и числовой апертурой $NA = 0,2$ с помощью специального узла ввода с эффективностью 80 %. Использование оптоволокна позволяет подвести греющее лазерное излучение непосредственно к точке измерений и механически развязать блок нагрева и измерительную часть установки. Фокусирующая головка дает возможность сфокусировать греющее лазерное излучение на образец в пятно необходимого размера (50...100 мкм) и установить координаты

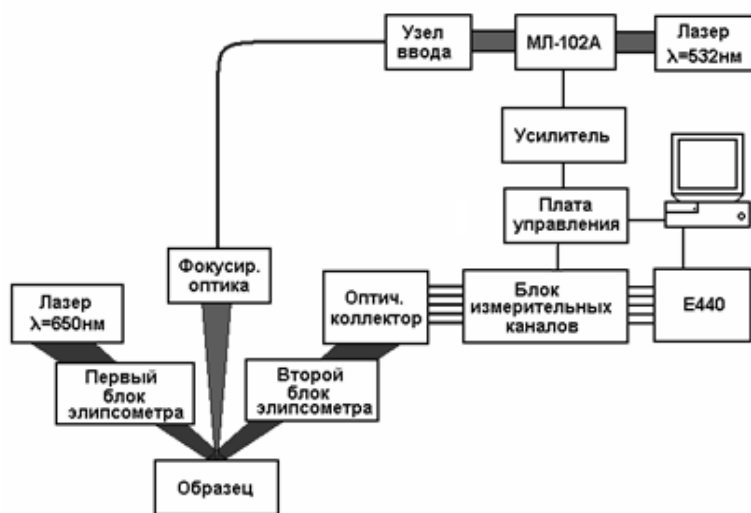


Рис. 2. Функциональная схема установки

этого пятна относительно пятна диагностирующего лазерного излучения под визуальным микроскопическим контролем. Использование согласованного с фокусирующей системой многомодового оптоволокна позволяет создать в плоскости изображения (на поверхности образца) однородную по сечению область нагрева.

Источником диагностирующего лазерного излучения является полупроводниковый лазер с постоянной мощностью 15 мВт и длиной волны 650 нм. Диагностирующий лазер установлен в первом задающем блоке эллипсометра ЛЭФ-3М, реализующем эллипсометрическую схему измерения PQSA [1]. Направление вектора поляризации падающего излучения пробного лазера устанавливается с помощью поляризационных элементов (поляризатор P, компенсатор Q) первого блока эллипсометра (см. рис.1). Поляризационные элементы установлены в оптимальные положения для проведения измерений малых термостимулированных колебаний вектора поляризации отраженного диагностирующего излучения, синхронных с колебаниями температуры на поверхности [3]. Во втором приемном блоке эллипсометра ЛЭФ-3М последовательно расположены: коллимирующий объектив, интерференционный фильтр 4 порядка, поляризационный анализатор A, волоконно-оптический коллектор, линейка фотоприемных устройств. Оптическая фильтрация в коллимированном пучке диагностирующего излучения позволяет эффективно подавить синхронную с частотой модуляции мощность греющего излучения на длине волны 532 нм, рассеянную поверхностью образца в направлении приемников. Отраженное диагностирующее излучение коллимируется объективом, проходит через интерференционный фильтр, анализатор A и проецируется на волоконно-оптический коллектор, состоящий из 11 плотноупакованных в одну линию волокон стандартного размера со световедущей жилой 200 мкм. Расстояние между центрами волокон составляет 300 ± 2 мкм. После прохождения диагностирующим пучком излучения анализатора A, колебания вектора поляризации отраженного излучения преобразуются в малые изменения интенсивности [2], которые детектируются фотоприемными устройствами, соединенными с каждым отдельным волокном оптоволоконного коллектора на другом конце волоконной линии. Каждому приемному волокну коллектора соответствует область измерений размером от 5 до 50 мкм на поверхности образца. Размер области детектирования определяется степенью фокусировки диагностирующего излучения на образце и фокусным расстоянием коллимирующего объектива в приемной части эллипсометра. Отношение поперечного размера изображения лазерного излучения на образце к линейному размеру на коллекторе определяет коэффициент увеличения оптической системы и соответственно размер области считывания отдельного приемника и расстояние между этими областями. Линейный размер коллектора – 2,75 мм проецируется в минимальное фокусное пятно – 50 мкм при максимальном коэффициенте увеличения.

Выходная часть оптического коллектора (каждое волокно коллектора) соединена посредством оптических разъемных соединений типа FC с блоком измерительных каналов. В этом блоке происходит преобразование мощности передаваемой по оптическим волокнам в электрический сигнал, его фильтрация и усиление. Блок представляет собой 12 одинаковых измерительных каналов состоящих из фотоприемника, предварительного усилителя, фильтра 8-го порядка и усилителя-повторителя. Одиннадцать каналов предназначены для измерения, один канал – для формирования опорного сигнала, получаемого от выносного оптического делителя, расположенного в оптическом канале модулированного греющего излучения. Для реализации возможности измерения на различных частотах модуляции в измерительных каналах используется каскад программно управляемых фильтров на переключаемых конденсаторах. Применение программируемых микросхем MF10, фирмы Maxim позволяет перестраивать центральную частоту фильтров в соответствии с частотой модуляции греющего лазерного излучения в диапазоне частот до 100 кГц. Сигналы с измерительных каналов поступают на многоканальный блок АЦП. Оцифрованная информация по USB порту

поступает в компьютер, где происходит ее запись и обработка. В нашем устройстве используется блок E440 фирмы L-Card, обеспечивающий частоту преобразования по каждому каналу 36 кГц. При частоте модуляции греющего лазерного излучения 1 кГц получаем значения сигнала в 36 точках за период. Комбинированное использование цифровых методов регистрации с аппаратной фильтрацией, даже при ограниченном количестве измерений за период модуляции и ограниченном времени измерения (менее 1 с), обеспечивает приемлемое соотношение сигнал/шум и позволяет определить амплитуду и фазу температурной волны с допустимыми погрешностями во всех измерительных каналах. Допустимой погрешностью определения фазы считаем погрешность не более $0,1^\circ$, потому что изменение фазы в окрестности области нагрева составляет от 8 до 60° в диапазоне частот $0,15 \dots 3$ кГц. В этом случае относительная составляющая погрешности определения температуропроводности не превышает $5 \dots 6$ %. Установка частоты модуляции греющего лазерного излучения и сигналов тактирования для перестройки фильтров в измерительных каналах осуществляется платой управления, подключаемой к компьютеру. Управляющая компьютерная программа задает частоту модуляции греющего лазерного излучения, осуществляет сбор и обработку полученной информации. Для компенсации существующих неизбежных различий в измерительных каналах, в программе заложен алгоритм введения поправок в измеренную информацию в соответствии с калибровочной информацией на различных частотах. Информация об амплитуде и фазе температурной волны в нескольких точках измерения, расположенных на фиксированном расстоянии друг от друга, позволяет определить температуропроводность образца в фазовом или амплитудном варианте метода Ангстрема в различных направлениях от области нагрева на расстояниях $50 \dots 200$ мкм.

Эксперимент

Апробация методики измерения и установки проводилась на образцах стали 12X18H10T (стандартный образец теплофизических свойств СОТС2) с поликристаллической и субмикро- и нанокристаллической (СМК и НК) структурой. Образец имел форму плоского диска диаметром 5 мм и толщиной 0,1 мм. СМК и НК структуры формировались в стали методом интенсивной пластической деформации при сдвиге под давлением. Средний размер микрокристаллитов определялся на основе электронномикроскопического анализа. Было установлено, что средний размер микрокристаллитов значительно изменяется по радиусу образца, от 700 до ~ 50 нм. Микрокристаллиты с минимальными размерами (50...70 нм) образуются по краю образца, что соответствует максимальным степеням истинной деформации. Расчет температуропроводности проводился по формуле [3]

$$a = K\omega(\Delta r)^2 / (\Delta\phi)^2,$$

где a – температуропроводность; K – константа, определенная при калибровке; Δr – расстояние между точками измерения фазы температурной волны; $\Delta\phi$ – разность фаз; ω – циклическая частота модуляции.

На рис. 3 приведена экспериментально определенная зависимость температуропроводности стали от среднего размера микрокристаллитов. Измерения проводились на одном образце стали в зонах с разной степенью истинной деформации. Локальность проведения измерений температуропроводности по радиусу образца составляла 100 мкм, что позволило определить зависимость свойств от среднего размера микрокристаллитов. В центре образца средний размер микрокристаллитов составлял 500...700 нм, что соответствовало исходной поликристаллической структуре стали. Измеренное значение температуропроводности стали в центре образца в пределах погрешности совпадает с ранее опубликованными данными [4]. Определена зона на образце со средним размером микрокристаллитов 100...200 нм, в которой происходит максимальное изменение теплофи-

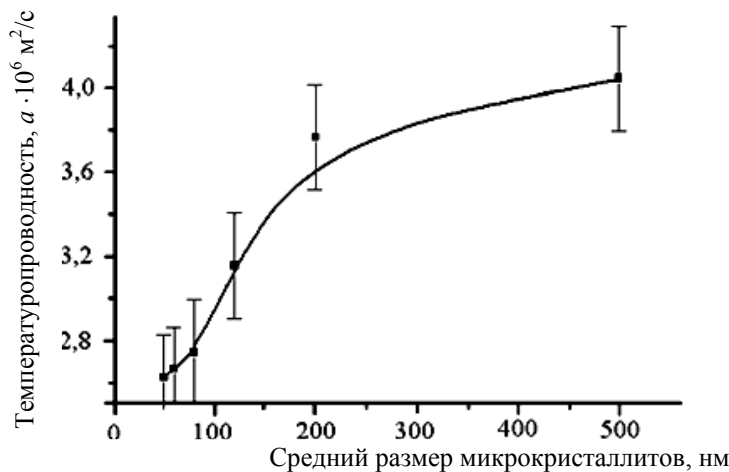


Рис. 3. Зависимость температуропроводности стали 12Х18Н10Т от среднего размера микрокристаллитов

зических свойств. Уменьшение температуропроводности внутри этой зоны по сравнению с исходным недеформированным состоянием составляло 20...25 %, что соответствует примерно 70 % полного изменения. Радиальная ширина зоны с максимальным изменением теплофизических свойств не превышала 250 мкм.

Заклучение

На основе метода ТМЛЭ разработана новая методика локальных измерений температуропроводности в неупорядоченных и структурированных материалах. Созданная экспериментальная установка с пространственно распределенным приемником в виде оптоволоконного коллектора и фотодиодной линейки позволяет одновременно считывать информацию о параметрах температурных колебаний с площади $\sim 10^{-2} \text{ мм}^2$, с пространственным разрешением $\sim 10^{-3} \text{ мм}^2$ за время меньше 1 с. Оборудование дает возможность реализации измерений температуропроводности в широком диапазоне температур в режиме динамического нагрева и исследования релаксационных процессов в неупорядоченных и микроструктурированных материалах с локальностью до 0,05 мм.

Авторы выражают благодарность Р.Г. Исмагилову за помощь в организации исследований и И.Г. Коршунову за обсуждение результатов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 07-08-00750а.

Список литературы

1. Аззам, Р. Эллипсометрия и поляризованный свет / Р. Аззам, Н. Башара. – М. : Мир, 1981. – 415 с.
2. Уймин, А.А. Применение лазерной модуляционной эллипсометрии для исследования теплофизических свойств веществ / А.А. Уймин, И.Г. Коршунов, А.А. Старостин // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 1998. – Т.4, № 2–3. – С. 187–192.
3. Уймин, А.А. Применение метода лазерной термомодуляционной эллипсометрии для определения локальных свойств металлов / А.А. Уймин [и др.] // Метастабильные состояния и фазовые переходы. – Екатеринбург, 2001. – Вып. 5. – С. 167–177.
4. Уймин, А.А. Исследование температуропроводности металлов с деформационной нанокристаллической структурой / А.А. Уймин [и др.] // Структура и

свойства нанокристаллических материалов : сб. науч. тр. / под ред. Г.Г. Талуца, Н.И. Носковой. – Екатеринбург, 1999. – С. 128–136.

5. Филиппов, Л.П. Измерение теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева / Л.П. Филиппов. – М. : Энергоатомиздат, 1964. – 147 с.

Automated Laser Device for Identification of Local Thermo-Physical Properties of Heterogeneous Materials

A.A. Uimin, D.F. Nizamutdinov, A.A. Starostin

Institute of Thermal Physics, UB RAS

Key words and phrases: distributed fiber-optical detector; local thermo-physical measurements; submicro- and nanocrystalline structures; temperature waves; thermal diffusivity; thermo-modulated laser ellipsometry.

Abstract: The technique and automated device for examining the thermal diffusivity of heterogeneous materials are presented. This technique combines the principles of temperature waves, thermo-modulated laser ellipsometry, registering of probing laser beam with the distributed fiber-optical detector. Application of this technique for research into local thermal properties is shown on the sample of steel with heterogeneous submicro- and nanocrystalline structure.

Automatisierte Laseranlage für die Bestimmung der lokalen wärmephysikalischen Charakteristiken der ungleichartigen Stoffe

Zusammenfassung: Es ist die Methode und die automatisierte Anlage für die Forschung der Temperaturleitfähigkeit der ungleichartigen Stoffe vorgestellt. Die Methode kombiniert in sich die Prinzipien der Temperaturwellen, der thermomodulationischen Laserellipsometrie, die Registrierung der diagnostizierenden Ausstrahlung mit Hilfe des mehrelementen Empfängers mit dem verteilten faseroptischen Eingang. Die Anwendung der Methode für die Forschung der lokalen wärmephysikalischen Eigenschaften ist auf dem Muster des Stahls mit ungleichartigen Submikro- und Nanokristalstruktur demonstriert.

Installation de laser automatisée pour la définition des caractéristiques locales thermophysiques des matériaux hétérogènes

Résumé: Est présentée la méthode et l'installation de laser automatisée pour l'étude de l'hétérogénéité des matériaux. La méthode combine les principes des ondes de température, de l'ellipsométrie de thermomodulation laser, l'enregistrement du rayonnement diagnostiquant à l'aide du récepteur à plusieurs éléments avec l'entrée fibreuse et optique répartie. L'application de la méthode pour l'étude des propriétés locales thermophysiques est montrée sur l'exemple de l'acier de la structure hétérogène sous-micro- et nanocristallique.
