

用激光光热效应研究纳米材料

王培吉 范素华

(山东建材学院物理系 济南 250022)

提要 报道了一种用激光光热效应直接测量纳米材料热扩散率的方法,并给出了在不同的成形压力和不同的烧结温度下的实验结果。结果表明,纳米 ZrO_2 的热扩散率随成形压力的增加而减少;纳米 Al_2O_3 的热扩散率在较高的烧结温度下,随烧结温度的升高而减少,而在较低的烧结温度时则出现了异常。

关键词 光热效应,纳米材料,热扩散率

1 引言

纳米材料是近几年发展起来的一种新型材料,它的性能与其制造工艺有关,不同的工艺下造成纳米材料的性能也略有差异。材料的热扩散率是一个反映力、热两方面综合性能的物理量,纳米陶瓷的热扩散率非常小,不同工艺下造成的差异则更小,利用各种常规的检测手段很难检测出其热扩散率的差别。激光光热效应是近几年来发展较成熟的一种检测技术,它具有实验简单、灵敏度高等优点,能检测到量级为 10^{-8} 的微弱吸收^[1],因而本文利用激光光热效应检测纳米 ZrO_2 在不同的成形压力及 Al_2O_3 在不同的烧结温度下的热扩散率。

2 原理

激光光热效应是当一束被频率 f 调制的激光入射到试样后,试样由于吸收能量而部分转变为热能,在试样区域内形成了一定规律的温度梯度分布,从而使与试样相邻的介质中也形成了温度梯度,造成试样及相邻介质折射率的梯度分布。当用另一束能量较小的检测光通过该区域时,光束将发生偏转,借助于改变入射激光与探测光之间的扫描距离的变化,在不同的频率下可测得偏转角的实部随扫描距离变化的曲线,从而得到实部为零的两点间的距离 X_0 ,由数值分析可得^[2~4]

$$X_0 = d + \sqrt{1.44\pi\alpha/f} \quad (1)$$

式中, d 为激光光束的直径, f 为频率, α 为材料的热扩散率。

通过上式由直线拟合作出 X_0 与 $f^{-1/2}$ 变化的图形,求出直线的斜率即可得材料的热扩散率。

3 实 验

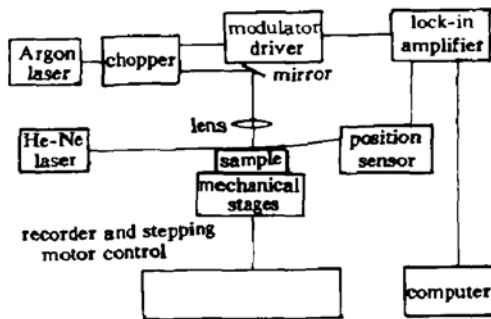


图 1 激光光热效应检测系统

Fig. 1 Schematic of the laser photothermal effect measuring system

激光光热效应垂直检测系统如图 1,入射激光采用功率为 100 mW 的 Ar⁺ 激光器,输出光束经 PAR192 型斩光器调制后,经 45°角平面反射镜反射和凸透镜聚焦在试样表面,平面镜与凸透镜一起固定在由计算机控制的平移平台上,当平台由步进电动机带动时,入射光束在试样上扫描,探测光采用稳压单模偏振 He-Ne 激光器,其特点是性能稳定,功率偏差小,目的是为了增加稳定性,降低噪声。当探测光掠射过试样表面后发生偏转,其偏转角由自制的四像限位置检测器测量,检测器中的 A/D 转换采用了 AD574,并具有两个像限的差动输出,使探测光束的强度起伏对偏转检测的影响得到抵消,同时使偏转检测的稳定性得到提高^[5]。检测到的信号经 EG&G 公司生产的 PAR5204 型锁相放大器后送入计算机中进行数据处理。试样由三维机械调节平台调节其位置。

实验中光学仪器部分放在光学防震台上,其它的如锁相放大器、计算机等放在另外的台子上,同时整个实验系统安排得力图紧凑,并加防护罩,目的是为了降低噪声,减少外界干扰;同时为了避免步进电动机在工作时产生的振动对测量数据的影响,利用软件控制计算机的采样速度,使每次采样都是在马达转动停止之后,待整个系统稳定时进行,每个数据点均是五次采样的平均值。为了消除试样长时间加热后探测光的漂移,尽量减少锁相放大器的积分时间,这样所采得的数据经计算机自动作出其实部与虚部的图形,得到如理论所预言的一完整对称的“∞”型图。

4 结 果

实验时通过固定探测光和试样而移动入射激光(泵浦光)得到偏转角法向分量的实部对应虚部的图形,如图 2。将此图形打开得到实部随扫描距离变化的关系曲线,如图 3。测得不同频率下实部为零的两点间距离 X_0 ,拟合出 X_0 随 $f^{-1/2}$ 变化的图形,如图 4,由此求出纳米材料的热扩散率。表 1,表 2 给出了不同的成形压力和不同的烧结温度下的实验结果。

表 1 的实验结果表明,纳米 ZrO₂ 的热扩散率随成形压力的增加而减少,这是由于压力增大,材料的密度增加,因而热扩散率减少。表 2 的结果表明,在高于 400℃ 的烧结温度下,纳米 Al₂O₃ 的热扩散率随烧结温度的增大而减少,而

激光光热效应垂直检测系统如图 1,入射激光采用功率为 100 mW 的 Ar⁺ 激光器,输出光束经 PAR192 型斩光器调制后,经 45°角平面反射镜反射和凸透镜聚焦在试样表面,平面镜与凸透镜一起固定在由计算机控制的平移平台上,当平台由步进电动机带动时,入射光束在试样上扫描,探测光采用稳压单模偏振 He-Ne 激光器,其特点是性能稳定,功率偏差小,目的是为了增加稳定性,降低噪声。当探测光掠射过试样表面后发生偏转,其偏转角由自制的四像限位置检测器测量,检测器中的 A/D 转换采用了 AD574,并具有两个像限的差动输出,使探测光束的强度起伏对偏转检测的影响得到抵消,同时使偏转检测的稳定性得到提高^[5]。检测到的信号经 EG&G 公司生产的 PAR5204 型锁相放大器后送入计算机中进行数据处理。试样由三维机械调节平台调节其位置。

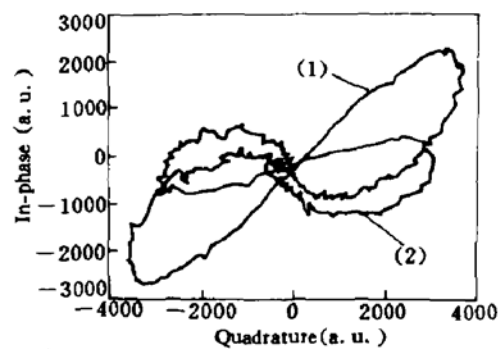


图 2 烧结温度为(1) 700℃;(2) 1200℃时偏转角的实部对应于虚部的曲线

Fig. 2 The real component versus the imaginary component of the deflection signal at different sintering temperatures (1) 700℃ and (2) 1200℃

当烧结温度低于 400℃ 时,热扩散率却出现了反常。这是由于纳米材料是由两种不同的原子组态构成,一种是纳米尺度颗粒的颗粒组元,另一种是颗粒间的界面组元,由此构成类气态的新的固体物质态。随烧结温度的升高,Al₂O₃ 纳米颗粒会略有增大,但更主要的则是气隙减少,这意味着高烧结温度下纳米 Al₂O₃ 中界面组元结构将逐渐不占主导地位;而在低烧结温度下,则显示出界面组元这一新结构态的特性。由于它既不同固体中的晶态和非晶态,又不是长程有序和短程有序,因而形成了一些奇异特性,造成热扩散率的反常,这与利用透射电镜和 X 射线衍射法的分析相一致。

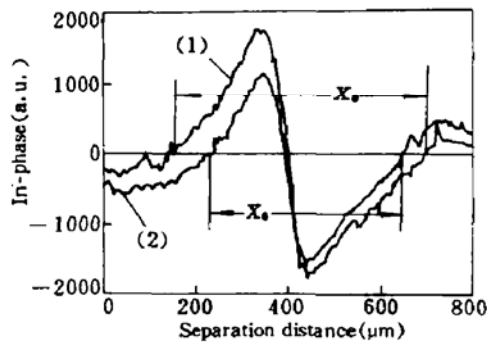


图 3 烧结温度为(1) 700℃; (2) 1200℃时偏转角
的实部随扫描距离的变化图形

Fig. 3 The real component of the deflection signal as a function of the separation distance X_0 between the pump and probe beams at different sintering temperatures (1) 700℃ and (2) 1200℃

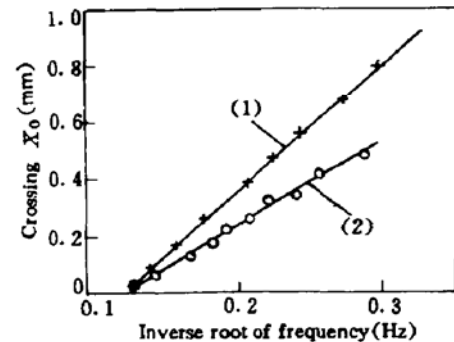


图 4 烧结温度为(1) 700℃; (2) 1200℃时实部为
零的两点间距离 X_0 (见图 3) 与频率 $f^{-1/2}$ 的
拟合图形

Fig. 4 Plots of X_0 (see Fig. 3) as a function $f^{-1/2}$ at different sintering temperatures (1) 700℃ and (2) 1200℃

表 1 不同成形压力下纳米 ZrO₂ 的实验结果

Table 1 Results at different shape pressure for nanometer sized ZrO₂

specimens	1	2	3	4	5
shape pressure (GPa)	0.5	0.8	1.0	1.2	1.5
diffusivity (cm ² /s)	9.2×10^{-3}	7.8×10^{-3}	6.4×10^{-3}	5.5×10^{-3}	4.8×10^{-3}

表 2 不同烧结温度下纳米 Al₂O₃ 的实验结果

Table 2 Results at different sintering temperatures for nanometer sized Al₂O₃

specimens	1	2	3	4	5
sintering temperature (℃)	200	400	700	1200	1500
diffusivity (cm ² /s)	7.8×10^{-2}	9.4×10^{-2}	8.6×10^{-2}	7.2×10^{-2}	5.6×10^{-2}

5 结 论

利用激光光热效应对纳米 ZrO₂ 和 Al₂O₃ 的热扩散率进行测定,结果表明,纳米 ZrO₂ 的热

扩散率随成形压力的增加而减少,纳米 Al_2O_3 的热扩散率在较高的烧结温度下,随烧结温度的升高而减少,而在较低的烧结温度下有可能出现异常,同时也表明激光光热效应是一种十分有效的检测纳米材料性能的新技术。

参 考 文 献

- 1 秦宗益,金巨广. 采用激光光热偏转法直接测量稀染料溶液的绝对荧光量子产额. *中国激光*, 1996, **A23**(1) : 47~51
- 2 A. C. Boccara, D. Fouriner, J. Badoz. Thermo-optical spectroscopy; Detection by the "mirage effect". *Appl. Phys. Lett.*, 1980, **36**(2) : 130~132
- 3 A. Salazar, A. Sanchez-Lavega, J. Fernandez. Theory of thermal diffusivity determination by the "mirage" technique in solids. *J. Appl. Phys.*, 1989, **65**(11) : 4150~4156
- 4 A. Salazar, A. Sanchez-Lavega, J. Fernandez. Thermal diffusivity measurements in solids by the "mirage" technique; Experimental results. *J. Appl. Phys.*, 1991, **69**(3) : 1216~1223
- 5 殷庆瑞,王 通,钱梦骥. 光声光热技术及其应用. 北京: 科学出版社, 1991, **168** : 176

Research of Nanometer Materials Using Laser Photothermal Effect

Wang Peiji Fan Suhua

(Department of Physics, Shandong Institute of Building Materials, Jinan 250022)

Abstract A method of using the photothermal effect in the direct measurement of diffusivity of nanometer materials is reported. Experimental results at different shape pressures and sintering temperatures are given. The results indicate that the diffusivity of nanometer ZrO_2 increases with the shape pressure decreasing, while for nanometer Al_2O_3 , at higher sintering temperature, the diffusivity decreases with the sintering temperature elevating, and at lower sintering temperature the diffusivity unusually rises.

Key words photothermal effect, nanometer material, diffusivity