

激光光热散射技术测量不透明材料的热扩散率

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散射技术测量不透明材料热扩散率的方法。根据在不同的频率下测得的试样光热信号的振幅和相位,由振幅和相位分别对频率进行非线性拟合,由此可得材料的热扩散率,并对不同烧结温度下的纳米氧化铝进行了测量。

关键词 激光光热散射技术, 纳米材料, 热扩散率

1 引 言

目前,利用激光检测技术测量材料的热扩散率,常用的方法是用激光光热测量技术中的“蟹景效应”测试法^[1-3],由于它需要测量检测光偏转角分量的实部对应虚部的“∞”字型图,然后再将此“∞”字型图旋转打开,才能测得实部为零的两点间距离,进而求出材料的热扩散率。这样在“∞”字图的旋转、打开及实部为零的两点间距离的测量过程中,由于环节过多,不可避免地出现误差,势必要影响测量结果的精确度;同时,对于所测得的实验结果的正确性,“蟹景效应”测试法本身无法验证,特别是对于一些新材料,必须借助于其它的测试手段进行比较。而采用激光光热散射技术测量材料的热扩散率,由于它是通过红外探测器在不同的频率下测量试样光热信号的振幅与相位,由非线性拟合直接拟合出试样的热扩散率,同时还可通过振幅和相位各自拟合的结果进行比较,因此克服了“蟹景效应”中数据处理环节过多和结果无法验证的缺点。本文就激光光热散射技术测量不透明材料热扩散率的原理、实验技术进行了研究,并测量了不同烧结温度下的纳米氧化铝的热扩散率。

2 原 理

激光光热散射技术是当一束被频率 f 调制的激光入射到试样后,试样由于吸收光能而引起局部性和周期性的温度涨落和红外辐射的变化,利用适当的红外探测器,即可检测到试样产生的光热信号。对单层试样,若入射激光被频率 f 调制后,其强度按下式变化

$$I = I_0 [1 + \exp(i\omega t)] \quad (1)$$

其中, I_0 为入射激光强度的幅值, $\omega = 2\pi f$ 为调制圆频率,则由斯忒藩-玻尔兹曼辐射定律,得到试样热辐射的变化为

$$\delta W = 4\sigma\epsilon T^3 \delta T \quad (2)$$

式中, σ 为斯忒藩-玻尔兹曼常数, ϵ 为试样发射率, T 为试样表面热力学温度, W 为试样热辐射的辐射出射度。

由于红外检测器输出的光热信号正比于 δW , 在试样为强吸收的条件下, 利用一维热传导模型处理, 可得到试样的散射光热信号的振幅与相位^[4]

$$A_0 = \frac{\sqrt{2} I_0}{2kx} \left| \frac{\exp(2lx) + \exp(-2lx) + 2\cos(2lx)}{\exp(2lx) + \exp(-2lx) - 2\cos(2lx)} \right|^{1/2} \quad (3)$$

$$\Phi_0 = \arctg \left[\frac{\exp(lx) - \exp(-lx)}{\exp(lx) + \exp(-lx)} \operatorname{tg}(lx) \right] - \arctg \left[\frac{\exp(lx) + \exp(-lx)}{\exp(lx) - \exp(-lx)} \operatorname{tg}(lx) \right] - \frac{\pi}{4} \quad (4)$$

式中, k 为试样热导率, $x = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}$, α 为试样的热扩散率, l 为试样厚度。

在不同频率下可测得试样光热信号的振幅与相位, 利用非线性拟合, 由(3), (4)两式, 即可得到材料的热扩散率。

3 实 验

激光光热散射测量系统如图 1, 入射激光采用功率为 200 mW 氩离子激光器, 输出光束经

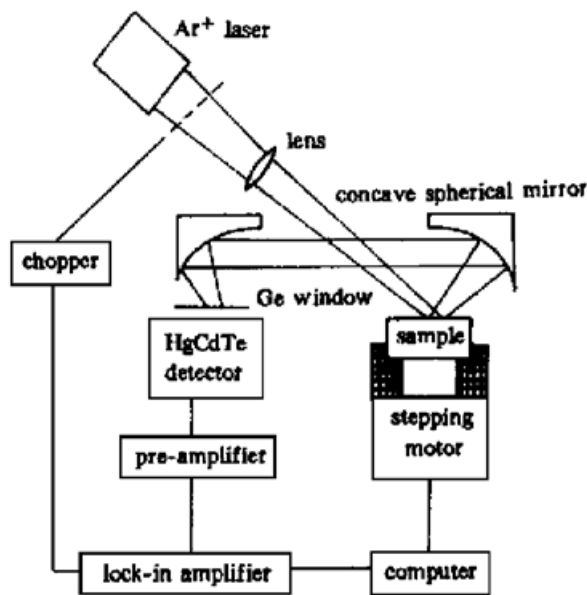


图 1 激光光热散射技术检测原理图

Fig. 1 Schematic of the laser photothermal scattering diffusivity measurement of samples

PAR192 型斩波器调制后, 入射到试样表面, 反射光束经凹球面镜后, 其光热辐射信号被位于凹球面镜焦平面上的 HgCdTe 红外探测器检测, 一个具有氬涂层的锗窗置于 HgCdTe 前面, 以阻挡激光束入射到检测器上, 检测到的热信号经前置放大器后进入 PAR5204 型锁相放大器, 最后由计算机对数据进行处理。试样置于固定在步进电动机上的空心平台上, 以保证激光入射到样品上时为单层试样, 利用计算机控制的步进电动机, 一方面, 通过试样的水平调节, 可对入射到试样上的激光光束的位置进行调节, 另一方面, 对试样进行竖直方向的调节, 使之处在凹球面镜的聚焦平面上。试样是通过化学法制备的由纳米颗粒组成的纳米氧化铝。

实验时光学仪器部分放在光学防震台上, 其它仪器如锁相放大器、计算机等放在另外的平台上。整个实验系统的光路部分安排得尽量紧凑, 并加防护罩, 目的是为了减少外界干扰, 降低噪声; 同时, 测量前首先将试样的位置调整好, 以避免实验过程中利用步进电动机调整时, 马达的转动造成不必要的误差。

4 结 果

实验时通过调节步进电动机, 使激光尽量入射在试样的中心位置上(这是由于部分试样在制作、加工的过程中, 其边缘部分往往存在微应力, 造成试样内部结构的差异, 势必影响材料的

热扩散率), 在不同的频率下测得试样中心点附近的振幅与相位, 并根据(3), (4)两式, 利用最小二乘法非线性拟合, 拟合出光热信号的振幅与相位随频率变化的曲线, 从而得到试样的热扩散率。图 1 给出了试样 2 的振幅与相位随频率变化的拟合曲线, 表 1 给出了纳米氧化铝在不同烧结温度下的热扩散率的拟合结果。

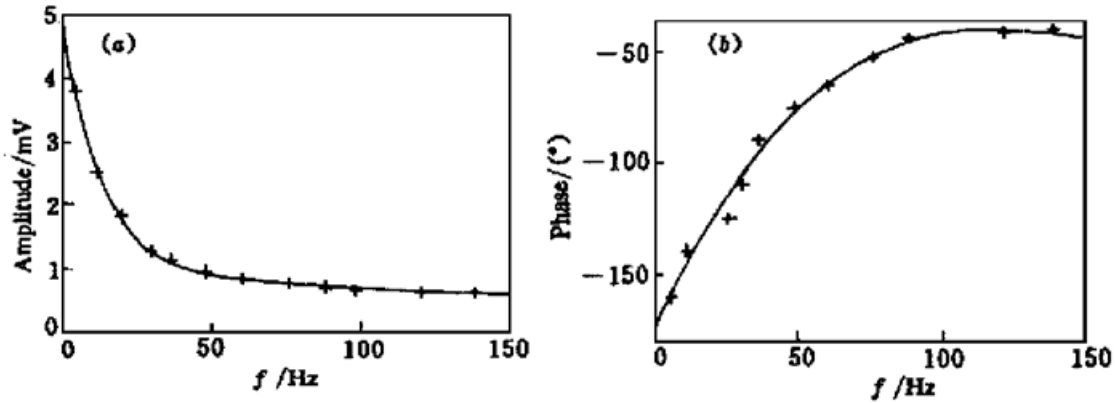


图 2 试样 2 的振幅与相位随频率变化的拟合曲线。(a) 振幅; (b) 相位

Fig. 2 Fitted curves of amplitude and phase with frequency for sample 2. (a) amplitude; (b) phase

表 1 不同烧结温度下纳米氧化铝的实验结果

Table 1 Results at different sintering temperatures for nanometer Al₂O₃

sample	thickness /mm	sintering temperature/°C	fitting ^o mode	diffusivity /cm ² /s	fitting errors/Q%	mirage effect ^[1]
1	1.17	200	AM	7.5×10^{-2}	1.43	7.8×10^{-2}
			PH	7.6×10^{-2}	2.18	
2	1.23	400	AM	9.3×10^{-2}	2.45	9.4×10^{-2}
			PH	9.2×10^{-2}	2.78	
3	1.31	700	AM	8.4×10^{-2}	1.94	8.6×10^{-2}
			PH	8.7×10^{-2}	2.07	
4	1.27	1200	AM	7.1×10^{-2}	2.27	7.2×10^{-2}
			PH	7.1×10^{-2}	2.56	
5	1.09	1500	AM	5.4×10^{-2}	1.82	5.6×10^{-2}
			PH	5.3×10^{-2}	2.39	

* fitting mode: AM—amplitude fitting, PH—phase fitting.

实验结果表明, 采用激光光热散射技术测得的纳米氧化铝的热扩散率, 与文献[1]利用“蟹景效应”所给出的结果是一致的, 并且热扩散率随烧结温度变化的规律也一致, 后者在文献[1]中已从理论上给予了解释, 这说明激光光热散射技术在测量材料热扩散率上是可行的; 同时也可看出由振幅与相位分别拟合所得到的结果非常接近, 且两者的拟合误差都很小, 说明这种方法具有较高的精确度; 由于可对振幅与相位的拟合结果进行比较, 因而提高了实验结果的可靠性。但同时也看到, 激光光热散射技术与“蟹景效应”法所得到的结果还是有差别的, 这主要是由于“蟹景效应”测试法中间数据处理过程多, 造成的误差比较大; 而激光光热散射技术则是根据测量的光热信号由最小二乘法直接进行非线性拟合, 并且当拟合误差为最小时确定试样的热扩散率, 因而, 激光光热散射技术比“蟹景效应”测试法具有更高的精确度与可靠性。

5 结 论

利用激光光热散射技术对纳米氧化铝的热扩散率进行了测量,结果表明该方法是一种十分有效的检测手段。由于它同时检测光热信号的振幅与相位,并直接对频率分别进行非线性拟合,因而使得实验结果可进行比较,增加了结果的可靠性与准确性,加之整个实验过程只需一台激光器,因而与其它检测方法相比具有调节更方便的特点;同时还可通过步进电动机,调节入射激光束位置的变化,来检测试样不同位置上热辐射信号的相位与振幅,进而对试样的表面结构、性能等方面进行检测,因而激光光热散射技术能够更加准确、快捷地测量出材料的热扩散率,并可望成为无损检测技术中的新的有力工具。

参 考 文 献

- 1 Wang Peiji, Fan Suhua. Research of nanometer materials using laser photothermal effect. *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1997, **A24**(11): 981~ 984 (in Chinese)
- 2 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
- 3 A. C. Boccara, D. Fournier, J. Badoz. Thermo-optical spectroscopy: Detection by the "mirage effect". *Appl. Phys. Lett.*, 1980, **36**(2): 130~ 132
- 4 Guan Guoxin, Zheng Xiaoming, Li Peizan. Derivation and demonstration of the amplitude and phase angle formulae in PTR. *Chinese Journal of Infrared Research* (红外研究), 1988, **7A**(3): 201~ 205 (in Chinese)

Laser Photothermal Scattering Technique to Measure Thermal Diffusivity of Opaque Materials

Wang Peiji Fan Suhua

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

Abstract A method to measure thermal diffusivity of opaque materials by a laser photothermal scattering technique is introduced in this paper. The thermal diffusivity can be fitted by amplitude and phase of the sample photothermal signal at different frequencies and the thermal diffusivity of nanometer Al_2O_3 at different sintering temperatures is measured by the method.

Key words laser photothermal scattering technique, nanometer Al_2O_3 , thermal diffusivity