



Системы определения температуропроводности методом вспышки в приборах линии Discovery: сравнение с оборудованием других производителей.

Целью этой статьи является детальное обсуждение параметров и особенностей оборудования, описанных в брошюрах. Приведенные ниже теоретические выкладки, как правило, не включаются в рекламную литературу, но заслуживают отдельного обсуждения. Понимание этих особенностей чрезвычайно важно для оценки действительных возможностей оборудования. Кроме знания операций и функций, выполняемых прибором, исследователю всегда хочется провести сравнение приборов от разных производителей, чтобы остановиться в выборе именно на том оборудовании, которое наилучшим образом подходит для его конкретных задач. Это довольно трудная задача, так как сложность выбора обуславливается разнообразием решений, примененных в каждом приборе, и из-за этого не так-то и легко сравнивать оборудование по каждому параметру. Часто одинаковый конечный результат или характеристика прибора достигаются путем разных подходов или процедур измерения. Архитектура устройства, состав его подсистем или компонентов могут существенно различаться от производителя к производителю, даже если принцип работы системы тот же. Из-за этого конкретные компоненты или подсистемы не могут сравниваться, и часто сами по себе эти отличия не влияют глобально на характеристики оборудования, но всего лишь показывают разницу в дизайне и деталях системы. Только общая функциональность оборудования имеет смысл для сравнения.

Насколько это возможно в данной статье, будут приведены параллели с приборами других производителей. Хотя и были предприняты усилия свести сравнение оборудования к общим инженерным принципам их конструкции, но беря за источник сведений об оборудовании других производителей их собственные источники, нельзя исключать предвзятость в подаче материалов. По этим причинам все ссылки на других производителей представленные в этой статье могут рассматриваться скорее, как субъективные оценки в предлагаемых свойствах оборудования, чем как результаты систематических исследований.

ПРИНЦИП РАБОТЫ

В начале шестидесятых Паркер, Радкин и Дженкинс [1] изобрели метод измерения температуропроводности небольших образцов материала, подвергая их лицевую часть воздействию короткого высокоинтенсивного импульса тепла и получая результат с тыльной стороны образца в виде температурной кривой. Как и во всех научных методах, они не были первооткрывателями в этом подходе, но, наверное, были самыми первыми в разработке технически жизнеспособного и элегантного решения. Этот метод оказался очень успешным, и, конечно, поразил воображение коллег. Их установка использовала термостат, источник электрической дуги и оптический прерыватель для генерации теплового импульса, который фокусировался на одной из поверхности образца, помещенного в термостате. Небольшая термопара была надежно закреплена на противоположной поверхности образца. Её сигнал усиливался и отображался на осциллографе. Экран осциллографа фотографировался на полароидную пластинку. Позже источник дуги был заменен на ксеноновую разрядную лампу, а затем на лазер, при этом данные сохранялись осциллографом с эффектом памяти экрана, а позже твердотельным цифровым рекордером. Основная конфигурация сохранялась неизменной 25 лет, только улучшалась в тех или иных местах более надежными и качественными компонентами.

Сигнал получаемый на тыльной стороне образца соответствует уравнению:

$$\alpha = 0.1388 \frac{L^2}{t_{1/2}}$$

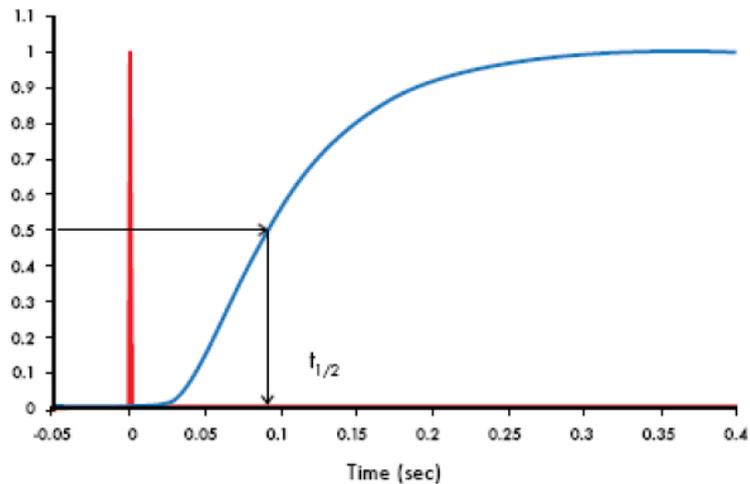
где:

α – температуропроводность (см²/с)

L – толщина образца (см)

$t_{1/2}$ – ½ времени достижения максима (с)

Графическая интерпретация представлена ниже:



Карслоу и Джагер [2] разработали решение для полубесконечной пластины, облучаемой по всей ее поверхности (и не имеющей тепловых потерь в перпендикулярном направлении относительно ее плоскости), связывающее температуропроводность со временем, за которое тепло доходит до тыльной поверхности пластины, достигая половины от его максимального значения. Обычно это время называется «время половины максимума». Тем самым можно использовать графическое решение - вначале определив максимум кривой, а затем вычислив время, за которое кривая достигает половины максимума. На практике на полароидной пластинке 3x4 наносились (царапались) линии по полученной кривой, сглаживая шум сигнала. Такие методы как оптическое усиление и более тщательно обработанная проекция мало помогали, так как если информация неточна и содержит сильный шум, усиление может усилить только шум, но не сам сигнал. Цифровые технологии стали прорывом в этой области. Цифровые осциллографы с памятью, а позже рекордеры смогли преобразовывать и сохранять несколько тысяч точек аналогового сигнала за короткое время. Эти данные выводились на плоттер, а позднее просто обрабатывались в компьютере, что обеспечило ту точность, которую предыдущие методы дать не могли.

В середине семидесятых миникомпьютеры стали «рабочими лошадками» в обработке данных, но помехой стала высокая сложность систем, и только престижные и обеспеченные лаборатории могли позволить себе обладать такими системами. Стоимость систем была астрономической, и часто необходимо было иметь в штате несколько профессионалов с учеными степенями для обеспечения безотказной работы оборудования и возможности использовать весь его функционал. С развитием технологий обработки сигналов и появления персональных компьютеров вся эта «магия» исчезла и превратилась лишь в вопрос технологии и программного обеспечения. В сущности, суть метода не изменилась, изменились элементы системы. В основном, система должна состоять из лазера однократного импульса для генерации теплового воздействия, детектора для регистрации изменения температуры на тыльной стороне образца, усилителя и дискриминатора для выделения относительно малого дифференциального сигнала на фоне чрезвычайно высокого уровня шума (это изменение на 1 или 2 градуса на фоне высоких температур в печи от 1000 и более градусов), аналого-цифрового преобразователя и устройства

хранения и обработки данных в виде комплекса, состоящего из компьютера со специализированным программным обеспечением. Каждый элемент установки одинаково важен и будет подробнее рассмотрен позже. Нужно понимать, что системы до сих пор имеют высокую сложность, хотя теперь это и скрыто внутри оборудования. Следовательно, нельзя рассматривать прибор как самодостаточный «черный ящик», выдающий сразу результаты, без тщательного анализа промежуточных результатов человеком. Такие сверх-автоматизированные системы соблазнительны для коммерческих производителей и эта идея работы на таких приборах, как по «поваренной книге», зачастую подчеркиваемая в рекламных проспектах, может уничтожить все другие преимущества и достижения, которые предлагаются современными системами. По этим причинам системы лазерной вспышки серии Discovery компании TA Instruments предлагают большое промежуточных ступеней для просмотра, проверки и отслеживания наряду с автоматическими самопроверками, определяющими и корректирующими отклонения от стабилизированных условий. Например, включение образца сравнения во все циклы измерения значительно повышает качество измерения нескольких образцов, при этом производительность снижается всего лишь на 16%.

Производитель одной из конкурирующей системы декларирует, что их системы «автоматизированы до несравненной степени». Такие утверждения бесполезны, так как они не содержат никаких ссылок на количественные данные, доказывающие это. Системы лазерной вспышки серии Discovery (The Discovery Laser Flash – DLF) автоматизированы не менее, а может даже и более, чем приборы конкурентов, но мы предлагаем делать выводы позже, факты скажут сами за себя.

АРХИТЕКТУРА СИСТЕМЫ

Положение лазера и ориентация образца:

В первую очередь в любой разработке важно, насколько используемое оборудование соответствует требованиям и ограничениям теории метода. Для анализаторов температуропроводности одним из таких требований является необходимость равномерного засвечивания лицевой стороны образца импульсом. Никаких препятствий для этого быть не должно. Отсюда возникают определенные требования к держателю образцов и положению лазера. Очевидно, что существуют только три направления для входа луча в термостат: сверху, снизу и сбоку (горизонтально). Каждая такая конфигурация имеет реализацию в доступных на рынке приборах. Вход луча снизу позволяет размещать образец горизонтально на кольцевом держателе, при этом тыльная сторона образца располагается сверху и полностью доступна для детектора. Тыльная сторона не загорается держателем, что полностью соответствует требованию полной доступности поверхности образца. Но при этом, при нижнем расположении лазера, это требование однозначно нарушается, т.к. держатель затеняет часть поверхности на периферии образца. а. Можно использовать маленькие зубцы в качестве суппортов для уменьшения этого влияния, но, тем не менее, полностью от этого не избавиться. Подобная ситуация возникает, когда ввод луча в термостат происходит сбоку, горизонтально. Тем более это еще и усложняется другими механическими проблемами, из-за чего этот подход в целом весьма неудобен. Очевидно, что положения лазера сверху над образцом наиболее естественно, и именно такая конфигурация используется в анализаторах DLF-1600 и DLF-2800.

Легкость загрузки образцов:

Несомненным преимуществом в этом нестационарном методе – скорость получения данных. И, соответственно, очень важно быстро извлекать и помещать образцы. Приборы с термостатом с горизонтальным вводом луча являются наиболее медленными в этом плане, так как вся камера должна разбираться для смены образцов. Системы, которые позволяют извлекать весь держатель образца из термостата без каких-либо других лишних действий являются, очевидно, наиболее быстрыми. Системы DLF имеют уравновешенный держатель, на который помещается поддерживающий образцы модуль, обеспечивающий плавную и быструю загрузку образца в

термостат. После того, как держатель помещается в термостат, он позволяет менять образцы в измерительном канале системы. Перемещение держателя вверх или вниз не влияет на положении образцов по отношению к оси лазерного луча. Этот модуль является частью термостата, так что не требуется постоянная его юстировка, даже при смене термостатов в системе.

Лазер:

Первоначально в анализаторах температуропроводности использовался рубиновый лазер, позже для этих целей стал использоваться лазер на основе неодимового стекла. Более длинная длина волны (1060 нм) наиболее предпочтительна для передачи тепла. Размер лазера варьируется в основном в зависимости от требуемого диаметра луча. Принято, что 10-15 Джоулей это минимальная энергия, которую должна обеспечивать система, но при работе с большими температурами требуется, чтобы лазер давал большую мощность. Мощность лазера контролируется по напряжению, на которое заряжается конденсатор. Большинство лазеров надежно работают при напряжении, превышающий определенный порог, поэтому используется системы для ослабления интенсивности луча. В DLF системах напряжение лазера поддерживается в диапазоне необходимом для генерации постоянного и эффективного по мощности импульса (постоянная плотность мощности и ее распределения), в то время как первичная основная мощность меняется, используя технологию внешнего ослабления. Такой метод превосходит решения, используемые в анализаторах конкурентов.

Детектор:

В первых моделях анализаторов на поверхность образца впрессовывалась термопара, и некоторые приборы конкурентов до сих пор используют такую технологию, но позже, с развитием современных электронно-оптических модулей, даже анализ при температурах близких к комнатным проводится в бесконтактном режиме. Обзор публикаций авторитетных организаций (Purdue University, Virginia Tech и т.д.) показывает, что электронно-оптические сенсоры полностью заменили термопары. Для определенных случаев (обычно при качественном контроле при комнатной температуре) термопары все еще имеют некоторые преимущества, но для систем, обеспечивающих анализ в широком диапазоне температур, используются только бесконтактные сенсоры.

Интересное решение использовалось с применением постоянного лазера низкой мощности [3]. При таком подходе импульс низкой мощности генерирует очень низкий полезный сигнал и нет преимущества по отношению сигнал-шум. Для преодоления этого использовалось большое количество однократных измерений для последующей статистической обработки данных. Хотя для некоторых особо чувствительных образцов использование такого лазера с низкой мощностью позволяет оставлять засвечиваемую поверхность неповрежденной, сильная зависимость статистической обработки для выделения сигнала от шума значительно затрудняет процесс измерения.

Термостат:

Термостат в данной системе это устройство обеспечивающее создание атмосферы измерения с заданной температурой, без загрязнения образцов. Т.к. взаимодействие образцов обычно не происходит при температурах ниже 600-700°C, проблемы могут возникать в основном при температурах выше этого порога. Системы DLF построены на модульной основе, что позволяет конфигурировать систему под выполнение широкого спектра задач. Если на раме установки установлено несколько термостатов, можно просто переключить луч лазера на тот, который должен использоваться в данном эксперименте. Это решение работает и при установке детектора под термостатом. Все термостаты могут быть оборудованы держателями для нескольких образцов, что позволяет использовать его для различных материалов почти без ограничений. Несколько разных термостатов могут использовать один источник питания. Такое конфигурационное и механическое решение в системах DLF уникально.

ОБЗОР ОПЕРАЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ

Скорость и производительность:

Скорость теста определяется не только временем, которое занимает получения единичной точки данных, но полным набором шагов, составляющих анализ образца. Утверждение такого типа, как «тест при 2000°C занимает не более 5 минут от начала до конца...» явно вводит в заблуждение пользователей. Здесь игнорируется время, необходимое на загрузку образцов, вакуумирование термостата, время, пока термостат достигнет стабильного значения 2000°C. Более реалистичным (хотя и не таким привлекательным в плане маркетинга) следовало бы указать время занимающее полный цикл теста. Но и в этом отношении системы DLF превосходят конкурентов, так как имея в держателе до 6 образцов, расположенных рядом, это время будет не более 90 секунд на образец при заданной температуре.

Автоматически регулируемая временная развертка:

Эта опция в большинстве систем декларируется как преимущество. Можно было бы отслеживать кривую и ввести период времени, за который должно накопиться определенное число точек данных исходя из оценки температуропроводности образца и его толщины. Более элегантно выглядит решение, когда этот процесс выполняется с помощью компьютера. В системах DLF пошли гораздо дальше: абсолютно нет нужды в первоначальном знании о предполагаемой температуропроводности образца, подходящая временная развертка автоматически рассчитывается из уже полученных перед этими точками данных. А там, где их нет, делается предварительный облучающий тестовый разряд лазера. Этот метод раскрывается далее более подробно.

Точки данных по температуре измеряются через интервал времени d , одна за другой. В идеале, эти интервалы должны быть выбраны таким образом, чтобы кривая выглядела, как показаны на изображении выше, содержательная составляющая сигнала характеризуется как минимум 1000 точек данных, накопленных за период времени k , где $k = 1000d$. На практике, для неизвестного материала образца нельзя предсказать каким будет общее время k . Если интервал k будет слишком коротким, можно потерять значимый сигнал, если слишком длинным, то массив измеренных точек будет отброшен. Параметр $k/1000$ может быть назван «временной разверткой». (Так как именно осциллографы использовались изначально для измерений, термин «временная развертка» был оттуда и позаимствован). Например, если k равен, допустим, 1 минуте, то d будет равно 60 мсек. Если k равно 1 сек, то d – 1 мсек и т.д.

Автомасштаб или «автоматически регулируемая временная развертка» определяется из возможности программы выбрать значение для k таким, чтобы оно было достаточно длинным для захвата всей кривой, несущей полезную информацию, и достаточно короткой для обеспечения наивысшего разрешения. Это делается эмпирически, производя разряд лазера и используя очень большое время для k (около 1500 мс). Это позволяет сделать оценку времени, при котором достигается максимум кривой T_m . Затем операционная временная развертка выбирается как 150% от T_m . Описанный выше процесс далее усовершенствуется с каждым последующим тестом автоматически. Для применения коррекции теплотерь обычно выбирается $k = 5T_m$. Системы DLF делают 20 000 точек данных на каждый тест, больше, чем любые другие приборы конкурентов.

Скорость накопления:

Скорость накопления данных связана с опцией автоматически регулируемой временной развертки для оптимизации измерений. На общую производительность влияет не только скоростью сбора, но и в разрешающая способность системы. Материалы с высокой температуропроводностью имеют очень короткий временной период полезного сигнала с тыльной поверхности образца. Это выдвигает требование иметь высокую скорость накопления данных для обеспечения хорошего разрешения для кривой. Однако, не надо забывать, что и вертикальная (в условных единицах температуры), и горизонтальная (временная) разрешающая способность влияют на точность определения времени «половины максимума». Так, для достижения компромисса между скоростью и разрешением необходимо использовать АЦП с

битным разрешением, не снижающим скорость сбора. Для получения разрешения в 0.5% для вертикальной координаты необходимо иметь не менее 200 бит на точку, что подразумевает использование 8 битного преобразователя (256 бит на точку). Но в цифровых устройствах младший значащий бит всегда дает неопределенность, также уменьшающий общую точность на добавочные 0.5%. Из-за этого для заданной 0.5% общего разрешения нужно использовать 9-битный АЦП. На практике даже это разрешение – минимально. К сожалению, ряд систем от конкурентов используют только 8-битные АЦП, позволяющий очаровать неискушенных пользователей не имеющей смысла скоростью. Другая сторона спектра – это системы с 16 битным АЦП (с соответствующей стоимостью, разумеется), обеспечивающие очень высокое разрешение. При этом номинально разрешение на точку составляет 80000 значащих цифр или 0.00125% в разрешении. Легко увидеть, что такая чрезмерная точность не нужна абсолютно, так как ни температура, ни другие параметры не могут быть измеряться с точностью выше чем 0.5%. Даже самый быстрый сигнал о температуропроводности занимает 100 мс на точку для кривой и для разрешения по времени в 0.5% необходимо всего лишь 200 бит на точку. Системы DLF имеют скорость сбора данных 20 кГц с 16-битным вертикальным разрешением. Это обеспечивает превосходное разрешение по обоим координатам, без необходимости использования нестабильного опорного постоянного напряжения.

КОРРЕКЦИИ

В литературе описаны два основных вида коррекций:

Коррекция тепловых потерь:

Тепловые излучательные потери идут с со всех сторон образца одновременно. Это детально обсуждается Кованом [4]. Если эти потери существенны, они могут быть рассчитаны по наклону конечного сегмента кривой. Излучательные потери приводят к сокращению времени половины максимума, но при нормальных условиях, если сокращение времени половины максимума ниже, чем 5% для 5-кратного значения периода времени половины максимума, это коррекция не нужна.

Коррекция ширины конечного импульса:

Кэйп и Леман [5] исследовали случай, когда время перехода имело тот же порядок, что и время рассеивание теплового импульса. В случае длинного теплового импульса максимум температуры на тыльной стороне образца достигается позже, и время половины максимума увеличивается в 1,37 раза (от значения, которое должно быть по уравнению Паркера [1]).

Теория работает, когда 1% времени половины максимума равен или более 70-кратного значения длины импульса. Так как ширина импульса лазера фиксировано с большой точностью, время половины максимума определяется толщиной образца и его температуропроводностью. Если комбинация этих параметров такова, что требуется применять коррекцию ширины импульса, предпочтительней сначала изменить размеры образца. Утилита в программном обеспечении DLF рассчитывает, применима ли толщина образца для предполагаемой температуропроводности или необходимо ограничить его размеры для достижения соответствия требованиям. Если изменить размеры невозможно, результат обрабатывается с помощью коррекции Кэйпа и Лемана.

Предпочтительней соответствовать теоретическим требованиям, чем применять коррекцию. Поэтому в ПО DLF в первую очередь рекомендуется использовать именно оптимальные размеры образца. Некоторые системы на рынке объединить эти корректировки, якобы для облегчения понимания обработки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Невозможно ожидать превосходных характеристик и идеального набора технических параметров от любого инструмента. Характеристики прибора – это компромисс практичности, стоимости и, в немалой степени, отличительные черты, которые производитель воспринимает, как важные отличия по сравнению с другими. Потенциальный пользователь должен взвесить значимость для

него ряда тех или иных параметров и возможностей, и найти компромисс по степени их важности для своих исследований. Нужно понимать, что такие оценочные понятия, как «легкость в использовании» могут значить одно для одних пользователей и совершенно противоположное для других. Скорость весьма сомнительный параметр, часто ей приносится в жертву качество, а когда это усугубляется избыточной автоматизацией, это может привести и к преждевременному выходу из строя. Если стремиться к сильной автоматизации, мотивируя это сложностью в просмотре, проверке и обработке данных в их первичных формах, стоит затем и принять во внимание дополнительные проблемы в валидации и достоверности конечных результатов, после автоматической обработки данных в «волшебном» черном ящике. Это та цена, которую заплатит оператор, если исключить промежуточную оценку результатов для выявления негодных данных. Программное обеспечение работает всего лишь по алгоритму, который был создан разработчиком, следовавшему ряду компромиссов, для того, чтобы система могла работать с широким спектром материалов и условий измерений. Именно пользователь должен проводить полный контроль над работой системы, но никак не производитель. Именно пользователь заинтересован в реальных результатах в реальных приложениях, не производитель. Именно пользователь наиболее четко понимает свои требования и средства в конкретном приложении, а не производитель, который может только включить те или иные элементы на основе теоретических положений. Альберт Эйнштейн однажды написал: «Воображение гораздо важнее знания», и, должно быть, он имел в виду как раз анализ температуропроводности.

ССЫЛКИ:

- [1] W.J. Parker, R.J. Jenkins, et al., "A Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity", U.S. Navy Report USNRDL-TR-424, May 1960.
- [2] H.S. Carslaw and J.C. Jaeger, Conduction of Heat in Solids, (Oxford University Press, New York, 1959), 2nd ed., p. 101.
- [3] Knudson, et al., U.S. Patent 4,928,254, May 1990.
- [4] R.D. Cowan, "Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures", J. of Appl. Phys., 34, 926, (1963).
- [5] J.A. Cape and G.W. Lehman, "Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity" J. of Appl. Phys., 34, 1909, (1963).