

**Jacek MAZUR, Barbara PUSTELNY**  
Politechnika Śląska, Gliwice

## TERMOFALOWA METODA POMIARU DYFUZYJNOŚCI CIEPLNEJ

### Słowa kluczowe

Dyfuzyjność cieplna, własności cieplne, metody pomiarowe, fale termiczne, fotoakustyka, radiometria w podczerwieni.

### Streszczenie

W niniejszej pracy przedstawiono termofalową metodę pomiaru dyfuzyjności cieplnej z detekcją fotoakustyczną i radiometryczną. Opracowana procedura bazuje na pomiarze przesunięcia fazowego między sygnałami rejestrowanymi przez detektor a sygnałem sterującym modulacją źródła światła. Zastosowanie materiału referencyjnego pozwoliło na wyeliminowanie wpływu komponentów układu pomiarowego na rejestrowane przesunięcie fazowe.

### Wprowadzenie

Dyfuzyjność cieplna należy do wielkości fizycznych określających własności cieplne materiałów. Jest definiowana jako iloraz współczynnika przewodnictwa cieplnego  $k$  oraz iloczynu ciepła właściwego  $c$  i gęstości  $\rho$ :

$$\alpha = \frac{\kappa}{\rho c}, \quad [\alpha] = \frac{m^2}{s} \quad (1)$$

Współczynnik przewodnictwa cieplnego określa zdolność materiału do przewodzenia energii cieplnej przy zadanej grubości warstwy materiału

i ustalonej różnicy temperatur między jego powierzchniami. Ciepło właściwe określa ilość ciepła niezbędną do ogrzania jednostki masy materiału o jeden stopień, przy czym szczegóły samego procesu ogrzewania (jego dynamika) nie są tu istotne. Można zatem stwierdzić, że obie wymienione wielkości fizyczne, użyte do zdefiniowania dyfuzyjności cieplnej, opisują jedynie statyczny proces wymiany ciepła i efekt dostarczenia materiałowi pewnej jego ilości. W odróżnieniu od nich dyfuzyjność cieplna jest stosowana do opisu własności materiałów związanych z dynamiką zmian temperatury spowodowanych występowaniem zależnych od czasu źródeł/spływów ciepła.

Stosowane w nauce i technice metody pomiaru dyfuzyjności cieplnej polegają na dostarczeniu próbce zmiennego w czasie strumienia energii cieplnej i badaniu efektów w postaci zmian temperatury w różnych punktach próbki przez ten strumień wywołanych. Opisane niżej metody pomiaru dotyczą próbek, w których wytworzone rozkłady temperatury mogą być uznane za jednowymiarowe.

## 1. Metody pomiarowe

### 1.1. Metoda Ångströma

Najstarsza metoda pomiarowa, sformułowana przez Ångströma w 1863 roku [1], polega na periodycznym ogrzewaniu jednego z końców izolowanego cieplnie pręta i rejestracji temperatury w punktach rozłożonych wzdłuż jego długości. Dyfuzyjność cieplna jest wyznaczana z opóźnienia czasowego, z jakim maksimum wartości temperatury dociera do kolejnych punktów pomiaru. Ze względu na konieczność dokonywania pomiaru temperatury w różnych punktach próbki wzdłuż kierunku przepływu ciepła metoda taka nie nadaje się do zastosowań technicznych, w szczególności gdy badana próbka ma postać płytki o grubości rzędu kilku milimetrów lub mniejszej.

### 1.2. Metoda impulsowa

Od połowy ubiegłego wieku rozwijane były metody oparte na dostarczeniu próbce energii cieplnej w postaci krótkotrwałego impulsu. Metoda taka opisana po raz pierwszy przez Parkera [2] została znormalizowana i jest obecnie wykorzystywana w pomiarach technicznych. W metodzie tej energia krótkotrwałego impulsu światła pochłoniętego na powierzchni próbki (próbka powinna być nieprzezroczysta i możliwie dobrze pochłaniać światło) staje się źródłem ciepła powodującym wzrost temperatury próbki. W podstawowej metodzie, w celu wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej, dokonuje się rejestracji zmian temperatury nieoświetlonej powierzchni próbki, a następnie wyznacza czas, po którym temperatura osiągnęła połowę wartości maksymalnej. Mierzona wielkość jest wyznaczana ze wzoru wyprowadzonego na podstawie analizy skomplikowanych wyrażań matematyki:

$$\alpha = 1,38 \frac{l^2}{\pi^2 t_{0,5}} \quad (2)$$

gdzie  $l$  jest grubością próbki, a  $t_{0,5}$  jest czasem osiągnięcia połowy temperatury maksymalnej.

Ze względu na utratę energii cieplnej przez próbkę (tym większą, im większa była temperatura przed i po oświetleniu) pomiar taki jest obciążony niepewnością systematyczną. Dla jej uniknięcia zostały rozwinięte inne metody opracowania wyników rejestracji temperatury próbki.

### 1.3. Metoda termofalowa

Metoda termofalowa w swojej idei nawiązuje do sposobu pomiaru zaproponowanego przez Ångströma, jednak nie wymaga dokonywania pomiaru temperatury w różnych punktach próbki, ale jedynie na jej powierzchniach. Do jednej z powierzchni badanej próbki jest dostarczany strumień ciepła (np. przez absorpcję światła). W odróżnieniu od metody impulsowej, opisanego poprzednio, strumień ciepła powinien zmieniać się periodycznie z częstotliwością  $f$ . Można wówczas pokazać, że dla próbki półnieskończonej rozkład przestrzenny składowej temperatury o częstotliwości  $f$  wyraża się wzorem [3]:

$$T(z, t; f) = T_0 + A \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} z\right) \cos\left(2\pi f t - \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} z + \varphi_0\right) \quad (3)$$

gdzie  $z$  określa głębokość (w stosunku do oświetlonej powierzchni),  $T_0$  jest temperaturą niezaburzoną ośrodka,  $A$  amplitudą zmian temperatury dla  $z = 0$ ,  $\varphi_0$  zmiana początkowa. Ze względu na podobieństwo do fal taki rodzaj zaburzenia nazywany jest *falą termiczną*.

Jak widać zmiany temperatury wraz z głębokością  $z$  stają się coraz mniejsze. Własność ta jest charakteryzowana *termiczną drogą dyfuzji*  $\mu_{th}$  określoną jako

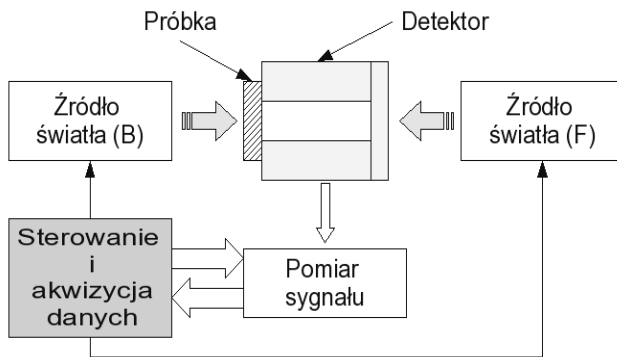
$$\mu_{th} = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi f}} \quad (4)$$

Próbki o skończonej grubości  $l$  mogą być sklasyfikowane przez porównanie z termiczną drogą dyfuzji jako *termicznie cienkie* ( $l < \mu_{th}$ ) lub *termicznie grube* ( $l > \mu_{th}$ ). Termiczna droga dyfuzji z jednej strony zależy od częstotliwości modulacji dostarczanego do próbki strumienia energii, z drugiej od dyfuzyjności cieplnej materiału, z którego jest wykonana. Własność ta pozwala na opracowa-

nie metod pomiarowych, w których mierzone są temperatury powierzchni próbki jako funkcje częstotliwości modulacji  $f$ . Pomiar sygnału w metodzie termofalowej oparty jest na detekcji homodynowej prowadzonej na częstotliwości modulacji źródła.

## 2. Model teoretyczny pomiaru termofalowego

Typowy układ do pomiarów metodami termofalowymi został przedstawiony na rys. 1.



Rys. 1. Schemat typowego układu do pomiaru metodami termofalowymi

Składowe harmoniczne temperatury powierzchni przeciwnej niż oświetlana opisuje się odpowiednio wyrażeniem

$$T_B(f) = \frac{I}{\kappa \sigma_s} \frac{1}{\sinh(l \sigma_s)} \quad (5)$$

gdzie  $I$  jest amplitudą zaabsorbowanego strumienia energii,  $\sigma_s = (1 + i)a_s$ ,

$$a_s = \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} = \mu_{th}^{-1}.$$

Powyższe wzory są przedstawione w postaci uproszczonej, przy założeniu, że współczynnik przewodnictwa cieplnego ośrodka otaczającego próbkę jest istotnie mniejszy od współczynnika przewodnictwa cieplnego samej próbki.

W typowych warunkach pomiarowych częstotliwość zmian strumienia energii zmienia się w zakresie od ułamków Hz do kilku kHz. Ogranicza to możliwość bezpośredniego pomiaru temperatury np. za pomocą termoelementów.

Zmiany temperatury są mierzone pośrednio, a do najpopularniejszych metod należą:

- pomiar natężenia promieniowania cieplnego emitowanego przez powierzchnię próbki (radiometria w podczerwieni) [4],
- pomiar akustyczny zmian ciśnienia w komorze przylegającej do powierzchni próbki (pomiar fotoakustyczny) [5].

W cytowanych pracach pokazano zastosowanie powyższych technik pomiarowych do badania własności cieplnych ciał stałych. Na uwagę zasługuje fakt liniowej zależności otrzymywanych sygnałów od temperatury w zakresie zmian temperatury występujących w czasie pomiaru termofalowego.

Jak zostanie pokazane dalej, znajomość bezwzględnych zmian temperatury nie jest niezbędna przy wyznaczaniu dyfuzyjności cieplnej materiału.

Dla obu metod detekcji sygnał może być opisany zależnością:

$$S_B = \frac{C_B}{\sigma_s} \frac{1}{\sinh(l\sigma_s)} \quad (6)$$

gdzie  $C_B$  – jest odpowiednim współczynnikiem proporcjonalności.

Typowy układ pomiarowy pozwala na bezpośredni pomiar amplitudy i przesunięcia fazowego mierzonego sygnału względem sygnału generatora sterującego źródłem światła.

### *Przybliżenie liniowe*

Podstawą opracowywanej metody pomiarowej jest pomiar przesunięcia fazowego sygnału mierzonego za pomocą detektora względem sygnału sterującego modulacją źródła światła. Przesunięcie fazowe sygnału opisanego wzorem (6) można przedstawić za pomocą dość skomplikowanego wyrażenia analitycznego:

$$\Delta\Phi(S_B) = -\arctg\left(\frac{\operatorname{tg}(a_s l)}{\operatorname{tgh}(a_s l)}\right) - \frac{\pi}{2} \quad (7)$$

W celu uproszczenia procedury opracowania danych i analizy dokładności pomiaru można posłużyć się przybliżeniem liniowym wzoru (7) zaproponowanym przez Calderona i współpracowników [6]:

$$\Delta\Phi(S_B) \cong -\frac{l^2}{\alpha} f - \frac{3\pi}{4} \quad (8)$$

Przybliżenie to odwzorowuje poprawnie (z błędem nie większym niż 1,2%) zależność daną wzorem (7) dla częstotliwości nie większych niż  $2,5 f_c$  ( $f_c$  jest częstotliwością, dla której grubość próbki jest równa termicznej drodze dyfuzji).

### 3. Wpływ układu pomiarowego na sygnał rzeczywisty

Wzór (6) opisuje sygnał dla idealnego stanowiska pomiarowego, które dokonuje jedynie zamiany wielkości mierzonych na postać cyfrową. W układach rzeczywistych sygnał pochodzący z detektora, którym w zależności od wariantu pomiaru jest mikrofon lub detektor podczerwieni, podlega zniekształceniu. Można wyodrębnić dwa źródła tych zniekształceń.

#### *Źródło światła modulowanego*

Układ elektroniczny modulujący światło jest sterowany za pomocą generatora sygnału odniesienia woltomierza homodynamicznego. Pomiar generowanego światła przy użyciu fotodetektora pokazał, że amplituda natężenia światła zmniejsza się ze wzrostem częstotliwości. Występuje również zależność od częstotliwości przesunięcie w fazie między sygnałem generatora i przebiegiem generowanego światła. Zmiany temperatury wywołane oświetleniem próbki są wprost proporcjonalne do natężenia światła pochłoniętego przez próbkę. Można zatem stwierdzić, że źródło światła wpływa na sygnał wyjściowy poprzez zależną od częstotliwości zmianę amplitudy i wprowadza dodatkowe przesunięcie fazowe  $\Phi_{ZS}(f)$ .

#### *Wzmacniacze i filtry wejściowe woltomierza homodynamicznego*

Podobnie jak pokazano to powyżej, wpływ wzmacniaczy (np. wzmacniacz mikrofonowy, wzmacniacz wyjściowy detektora podczerwieni) oraz filtru górnoprzepustowego znajdującego się w stopniu wejściowym wzmacniacza homodynamicznego można uwzględnić za pomocą odpowiedniego czynnika skalującego dla amplitudy i dodatkowego przesunięcia fazowego  $\Phi_{WF}(f)$ .

### 4. Eliminacja wpływu układu pomiarowego przez pomiar referencyjny

Zniekształcenia sygnału wprowadzone przez źródło światła i tor detekcyjny są niezależne od podlegającej pomiarowi próbki.

Po uwzględnieniu opisanych powyżej zniekształceń wyrażenie (7) uzyskuje postać:

$$\Delta\tilde{\Phi}(S_B) = \Delta\Phi(S_B) + \Phi_{ZS} + \Phi_{WF} \quad (9)$$

W celu usunięcia z sygnału rzeczywistego wpływu układu pomiarowego konieczne jest dokonanie pomiaru dla próbki referencyjnej, dla której

$$\Delta\tilde{\Phi}(S_B)_{ref} = \Delta\Phi(S_B)_{ref} + \Phi_{ZS} + \Phi_{WF} \quad (10)$$

Zestawienie wzorów (9) i (10) pozwala na wyeliminowanie przesunięć fazowych wprowadzonych przez układ pomiarowy:

$$\begin{aligned} \Delta\Phi(S_B) &= \Delta\tilde{\Phi}(S_B) - \Delta\tilde{\Phi}(S_B)_{ref} + \Delta\Phi(S_B)_{ref} \\ &= \Delta\tilde{\Phi}(S_B) - \left[ \Delta\tilde{\Phi}(S_B)_{ref} - \Delta\Phi(S_B)_{ref} \right] \end{aligned} \quad (11)$$

Funkcja korygująca zaznaczona nawiasem kwadratowym może być wyznaczona jednorazowo, w pomiarze dokonywanym w szerokim zakresie i z małym krokiem częstotliwości, a następnie odpowiednio interpolowana dla potrzeb kolejnych pomiarów. Najkorzystniejsze ze względu na uproszczenie procedury pomiarowej jest zastosowanie jako próbki odniesienia takiej, która w całym zakresie pomiarowym jest termicznie cienka. Można wówczas skorzystać dla niej ze wzoru uproszczonego (8) i wyrażenie (11) sprowadzić do bardzo prostej zależności liniowej:

$$\Delta\tilde{\Phi}(S_B)_{ref} - \Delta\Phi(S_B)_{ref} \cong - \left( \frac{l^2}{\alpha} - \frac{l_{ref}^2}{\alpha_{ref}} \right) f = \gamma f \quad (12)$$

gdzie gamma – współczynnik kierunkowy zależności prostoliniowej.

## 5. Procedura wyznaczania dyfuzyjności cieplnej i jej niepewności

W celu wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej badanego materiału należy przeprowadzić pomiary przesunięcia fazowego sygnału z detektora dla próbki badanej i referencyjnej w takim zakresie częstotliwości, aby różnica faz dla najmniejszej i największej częstotliwości była istotnie większa od średniej kwadratowej niepewności standardowej pojedynczego pomiaru  $\frac{1}{n} \sqrt{\sum [s(\Delta\tilde{\Phi}(f_k))]^2} \ll (\Delta\tilde{\Phi}(f_{max}) - \Delta\tilde{\Phi}(f_{min}))$ . Po dopasowaniu metodą regresji liniowej współczynnika kierunkowego gamma (12) poszukiwaną wartość należy obliczyć ze wzoru

$$\alpha = - \frac{l^2}{\gamma + \gamma_{ref}} \quad (13)$$

Gdzie  $\gamma_{ref}$  jest współczynnikiem kierunkowym prostej teoretycznej dla próbki referencyjnej i może być obliczony ze wzoru  $\gamma_{ref} = l_{ref}^2 / \alpha_{ref}$ , gdzie  $l_{ref}$  i  $\alpha_{ref}$  są odpowiednio grubością i dyfuzyjnością próbki referencyjnej.

Według wskazań *Przewodnika* [7] niepewność wyznaczenia dyfuzyjności cieplnej opisaną powyżej metodą – wzór (13) – jest niepewnością typu B, która musi uwzględniać: niepewność pomiaru grubości próbki  $u(l)$ , niepewność standardową  $s(\gamma)$  wyznaczenia współczynnika  $\gamma$  metodą regresji liniowej (*Przewodnik*, rozdział 3 aneksu H) oraz niepewność współczynnika  $\gamma_{ref}$   $u(\gamma_{ref})$ . Całkowita niepewność pomiaru, po uwzględnieniu wszystkich wpływających na nią czynników, dana jest wzorem

$$u(\alpha) = \alpha \sqrt{\left(\frac{2u(l)}{l}\right)^2 + \left(\frac{s(\gamma)}{\gamma + \gamma_{ref}}\right)^2 + \left(\frac{u(\gamma_{ref})}{\gamma + \gamma_{ref}}\right)^2} \quad (14)$$

$$\approx \alpha \sqrt{\left(\frac{2u(l)}{l}\right)^2 + \left(\frac{s(\gamma)}{\gamma}\right)^2 + \left(\frac{u(\gamma_{ref})}{\gamma}\right)^2}$$

## 6. Przykładowe wyniki pomiarów

Pomiary testowe zostały przeprowadzone metodą radiometryczną i fotoakustyczną. Jako próbki referencyjne były stosowane blaszki odpowiednio niklowa o czystości powyżej 99% i grubości 90  $\mu\text{m}$  oraz miedziana o czystości 99,98% i grubości 255  $\mu\text{m}$ . W obu przypadkach dokonywano pomiaru przesunięcia fazowego w funkcji częstotliwości powtarzając pomiar dla każdej częstotliwości pięciokrotnie. Do rejestracji sygnału użyto woltomierza homodynamicznego SR830 zapewniającego pomiar fazy z rozdzielczością 0,008° oraz rezerwę dynamiczną lepszą niż 100 dB. Jako źródła światła zostały wykorzystane modulowane elektronicznie diody LED o mocach 5 W przy detekcji akustycznej i 20 W przy detekcji radiometrycznej.

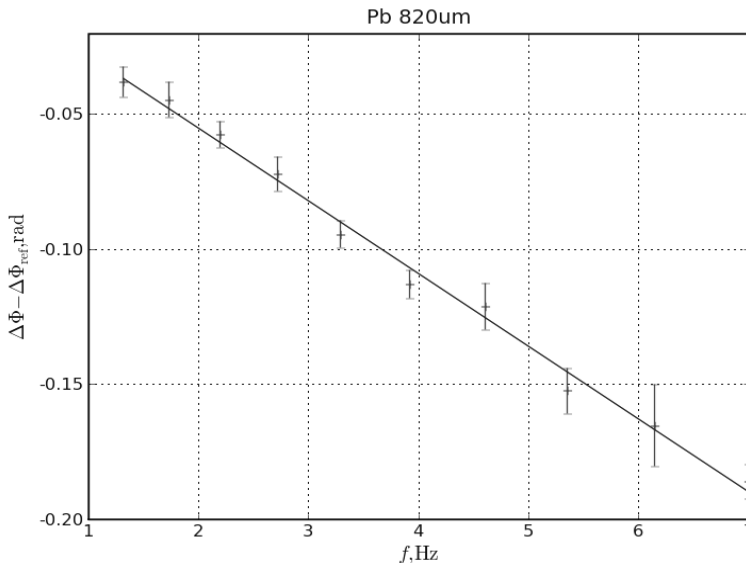
Tabela 1. Wyniki pomiarów testowych

Materiał czystość	$l$	$\alpha$	$u(\alpha)$	$\frac{u(\alpha)}{\alpha}$	$2 \frac{u(l)}{l}$	$\frac{s(\gamma)}{\gamma}$	$\frac{u(\gamma_{ref})}{\gamma}$	$\alpha_{fit}$
	$\mu\text{m}$	$\text{cm}^2\text{s}^{-1}$	$\text{cm}^2\text{s}^{-1}$	%	%	%	%	$\text{cm}^2\text{s}^{-1}$
Pb (99,9%)	820	0,246	0,013	5,4	2,5	2,9	0,17	0,24
Ti (99,7%)	255	0,0926	0,0082	8,9	7,9	4,2	0,64	0,093
Ni (99,98%)	510	0,206	0,010	4,7	3,9	2,5	0,36	0,229
Cu (99,999%)	1020	1,052	0,048	4,6	2,0	4,1	0,46	1,16



Ze względu na brak próbek wzorcowych do badań testowych użyto blaszek wykonanych z metali o wysokiej czystości. W tabeli 1 podano wyznaczone wartości dyfuzyjności cieplnej, jej niepewność, i niepewność względną (kolumny 3–5) oraz względne niepewności cząstkowe wprowadzane przez niepewność pomiaru grubości, niepewność standardową współczynnika uzyskanego z regresji liniowej i niepewność względną wprowadzoną przez niepewności parametrów próbki referencyjnej.

Przykładowa zależność fazy skorygowanej od częstotliwości dla próbki ołowianej przedstawia rys. 2.



Rys. 2. Skorygowana faza sygnału dla próbki ołowianej o grubości 820  $\mu\text{m}$ . Detekcja radiometryczna

## Podsumowanie

Wykonane pomiary testowe i analiza niepewności pomiarowej pokazują, że bardzo istotny udział w całkowitej niepewności pomiaru ma niepewność wyznaczenia grubości badanej próbki. Nie jest to cechą proponowanej metody termofalowej, bo odnosi się jednakowo do wzoru (13) i (2) stosowanego w metodzie impulsowej. Analiza pozostałych źródeł niepewności i wyniki pomiarów testowych pokazują, że dla próbek o małej niepewności względnej grubości i pochłaniających efektywnie światło można uzyskać całkowitą względną niepewność pomiaru dyfuzyjności cieplnej poniżej 10%. W przypadku próbek dobrze odbijających światło dokonanie pomiaru nie jest możliwe bez dodatkowego poczernienia powierzchni. Ze względu na niewielkie rozbieżności danych literaturowych oraz wyznaczonych eksperymentalnie wartości dyfuzyjności cieplnej

próbek Ni i Cu przeprowadzono symulacje numeryczne. Dla zadanej wartości dyfuzyjności cieplnej obliczono na podstawie wzoru (6) fazę sygnału i powtórnie wyznaczono dyfuzyjność na podstawie wzoru (13). Stwierdzono systematyczne zaniżenie wartości wyznaczonych w stosunku do założonych. Tłumaczy to obserwowane w tabeli 1 rozbieżności. Metoda wprowadzenia do procedury pomiarowej stosownej poprawki jest obecnie opracowywana.

Przedstawiona w artykule metoda pomiarowa należy do intensywnie rozwijanej w ostatnich latach grupy metod termofalowych, bazujących na detekcji homodynamicznej w dziedzinie częstotliwości. Wraz z rozwojem sprzętu pomiarowego stają się one znaczącą alternatywą dla metod impulsowych bazujących na pomiarach w dziedzinie czasu, a ich głównym atutem jest zastosowanie modulowanych źródeł światła o mniejszych mocach, a tym samym znacznie tańszych niż wymagane w metodach impulsowych.

*Praca naukowa finansowana ze środków Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego, wykonana w ramach realizacji Programu Wieloletniego pn. „Doskonalenie systemów rozwoju innowacyjności w produkcji i eksploatacji w latach 2004–2008”.*

## **Bibliografia**

1. Ångström A.J.: *Phil. Mag.* 25, 130, 1863.
2. Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbot G.L.: Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. *J. Appl. Phys.*, 32(9), 1679, 1961.
3. Wiśniewski S., Wiśniewski T.S.: *Wymiana ciepła*. WNT, Warszawa 1997.
4. Santos R., Miranda L.C.M.: Theory of photothermal radiometry with solids. *J. Appl. Phys.* 52(6), 4194, 1981.
5. Rosencweig A., Gersho A.: Theory of the photoacoustic effect in solids. *J. Appl. Phys.* 47(1), 67, 1976.
6. Calderon A., Munoz Hernandez R.A., Tomas S.A., Cruz-Orea A., Sanchez Sinencio F.: Method for measurement of the thermal diffusivity in solids: Application to metals, semiconductors, and thin materials. *J. Appl. Phys.*, 84(11), 6327, 1998.
7. Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik, Główny Urząd Miar, 1999.

Recenzent:  
**Waldemar MINKINA**

**Thermal wave method for the determination of thermal diffusivity****Key words**

Thermal diffusivity, thermal properties, measurement methods, thermal waves, photoacoustics, infrared radiometry.

**Summary**

This paper presents a proposition of the thermal wave method of measuring the thermal diffusivity by means of photoacoustic and infrared radiometry detection. The described procedure is based on the determination of the phase-shift between the light source and the registered signal. A reference material is used for the elimination of the measurement set-up contribution to phase.

