

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт теплофизики Уральского отделения Российской академии наук

На правах рукописи

КОТОВ

Артем Николаевич

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛОВОЙ РЕЛАКСАЦИИ
КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД ПРИ ЛОКАЛЬНОМ ИМПУЛЬСНОМ
ВОЗДЕЙСТВИИ С МИКРОСЕКУНДНЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ

1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель – к.ф.-м.н. А.А. Старостин

Екатеринбург – 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | |
|---|----|
| ВВЕДЕНИЕ..... | 5 |
| ГЛАВА 1. ОБЗОР ИМПУЛЬСНЫХ МЕТОДОВ «НАКАЧКА-ЗОНДИРОВАНИЕ» ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ..... | 13 |
| 1.1 Введение..... | 13 |
| 1.2 Особенности теплофизических измерений и экспериментальных установок при исследованиях локальных быстропротекающих тепловых процессов | 15 |
| 1.2.1 Установки нагрева проволочного зонда по принципу «накачка- зондирование» | 15 |
| 1.2.2 Установки с оптическим зондированием для локального исследования переходных тепловых режимов в жидких средах | 20 |
| 1.2.3 Установки импульсного лазерного нагрева и считывания по методу термоотражения..... | 27 |
| Выводы по обзору | 36 |
| Постановка задачи..... | 38 |
| ГЛАВА 2. РАЗРАБОТКА УСТРОЙСТВА ДЛЯ УПРАВЛЯЕМОГО ДВУХИМПУЛЬСНОГО НАГРЕВА ПРОВОЛОЧНОГО ЗОНДА ПО ПРИНЦИПУ «НАКАЧКА-ЗОНДИРОВАНИЕ»..... | 39 |
| 2.1 Требования к устройству..... | 39 |
| 2.2 Схема задания тока нагрева | 41 |
| 2.3 Схема измерения и управления нагревом, структура устройства | 42 |
| 2.4 Подробности реализации аппаратуры | 44 |
| 2.5 Программное управление с помощью МК | 50 |
| 2.6 Программное обеспечение оператора для ПК | 52 |
| 2.7 Применение устройства для исследования особенностей теплообмена в жидкостях..... | 54 |
| 2.8 Неопределенность результатов измерений значений температуры и относительной теплоотдачи проволочного зонда..... | 57 |

| | |
|--|-----|
| Выводы по главе 2..... | 65 |
| ГЛАВА 3. ОПТОВОЛОКОННАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ОБРАЗЕЦ ЛАЗЕРНЫМ ИМПУЛЬСНОМ НАКАЧКИ И ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕННОГО ЗОНДИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ | 67 |
| 3.1 Построение оптической схемы для одновременной подачи излучения накачки и зондирования по одному волоконному зонду..... | 67 |
| 3.2 Импульсный лазерный источник накачки..... | 69 |
| 3.3 Широкополосный фотодетектор с компенсацией постоянной составляющей оптического сигнала..... | 81 |
| Выводы по главе 3..... | 83 |
| ГЛАВА 4. АКТИВАЦИЯ ВСКИПАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКОРОСТИ ПЕРЕХОДНЫХ ПРОЦЕССОВ НА ТОРЦЕ СВЕТОВОДА В ПЕРЕГРЕТОЙ ЖИДКОСТИ ПО ПРИНЦИПУ «НАКАЧКА-ЗОНДИРОВАНИЕ» | 85 |
| 4.1 Автоматизированная установка для исследования перегретых жидкостей в миниатюрной пузырьковой камере | 85 |
| 4.2 Условия активации <i>n</i> -пентана на торце световода | 88 |
| 4.3 Измерения скорости переходных процессов при активации вскипания перегретого <i>n</i> -пентана..... | 91 |
| 4.4 Измерение скорости роста паровой фазы на торце световода стробоскопической видеосъемкой..... | 93 |
| 4.5 Результаты измерений скорости переходных процессов при активации вскипания <i>n</i> -пентана при температурах перегрева 60 – 140 °С | 98 |
| Выводы по главе 4..... | 101 |
| ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ТЕПЛОВОЙ РЕЛАКСАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ МЕТАЛЛОВ И ПОЛУПРОВОДНИКОВ | 102 |
| 5.1 Установка с нагревом поверхности образца расходящимся излучением от волоконного световода и одновременным считыванием сигнала термоотражения..... | 103 |
| 5.2 Применение внешнего оптоволоконного интерферометра Фабри-Перо для усиления сигнала термоотражения | 104 |

| | |
|---|-----|
| 5.3 Моделирование процесса генерации сигнала термоотражения при импульсном нагреве поверхности | 107 |
| 5.4 Полупроводниковые образцы и их аттестация | 110 |
| 5.5 Результаты измерений тепловой релаксации на образцах металлов и полупроводников, сравнение с расчетной моделью..... | 111 |
| Выводы по главе 5..... | 118 |
| ЗАКЛЮЧЕНИЕ | 120 |
| СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ..... | 123 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ..... | 126 |

ВВЕДЕНИЕ

В работе представлена разработка и модернизация методов исследования динамических процессов, сопровождающих резкие изменения термодинамических параметров изучаемого объекта. Такие процессы имеют место при фазовых переходах первого и второго рода, а также в результате ударных тепловых нагрузок с сильными градиентами температуры и давления.

Общий подход к изучению подобных явлений в лабораторных условиях заключается в применении принципа «накачка-зондирование» («pump-probe»), когда импульс накачки создает условия локального теплового возмущения в образце, а второй, измерительный импульс, позволяет отслеживать процесс температурной релаксации. Основной особенностью изучения реакции объекта исследования на внесенное локальное возмущение является необходимость соответствующей реакции и синхронизации измерительной системы, обеспечивающей получение данных амплитудно-временных и амплитудно-частотных зависимостей свойств с минимальными динамическими искажениями. Методы изучения подобных процессов опираются на возможности лабораторно-технической базы, появляются новые инструменты и приборы, благодаря совершенствованию полупроводниковой техники, программируемой электроники, лазеров и волоконной оптики.

В рамках данной работы проведена разработка электронных и волоконно-оптических устройств, позволяющих организовать контролируемое кратковременное воздействие на изучаемый объект на интервалах времени $10^{-3} - 10^{-9}$ с. Разработанные устройства применены в трех экспериментальных установках:

- установка с устройством нагрева проволочного зонда, которая позволяет изучать особенности теплообмена в системе зонд-перегретая жидкость по двухимпульсному методу с управлением тока нагрева;

- установка пузырьковой камеры для исследования быстропротекающих процессов начальной стадии фазового перехода перегретой жидкости, активированного лазерным импульсом накачки наносекундной длительности;

- установка с нагревом поверхности микросекундными лазерными импульсами позволяет выявить особенности релаксации температурной неоднородности на поверхности образца. Процесс нагрева и охлаждения считывается по изменению характеристик отраженного зондирующего излучения.

Актуальность работы

Тепловые процессы, имеющие место в природе и технологиях, практически во всех случаях сопровождаются изменением их параметров во времени. Возможность получения детальной информации о динамике переходных тепловых режимов является необходимым условием для эффективного построения оборудования во многих отраслях промышленности. Обычно для предсказания хода динамических процессов используют комплексные модели физических систем. Однако, получение удовлетворительного результата возможно только при наличии достаточной информации о теплофизических свойствах объектов системы. В случае моделирования нестационарных процессов часто требуется учет изменения свойств объектов от времени и температуры, что при недостатке справочных данных вызывает затруднения. Развитие экспериментальных методов дает возможность получать информацию о теплообмене непосредственно из опыта за малые времена. Успешно применяются методы импульсного нагрева миниатюрного проволочного зонда, с помощью которых получают данные о теплообмене в сложных системах зонд-жидкость с тепловыми потоками до 10 МВт/см^2 [1, 2]. Нестационарный режим активно используется в методах определения теплофизических свойств и их комплексов [3]. Методами периодического нагрева, импульсного лазерного нагрева получены свойства таких специфических объектов как тонкие металлические пленки, нанопокртия, свойства многослойных полупроводниковых структур [4, 5]. Отдельным направлением современных теплофизических измерений можно выделить исследование малоразмерных объектов (менее 1 мм^3) и объектов с анизотропией свойств [6]. Для подобных измерений экспериментальные методы должны обладать возможностями локализации приложения теплового воздействия и измерения сигналов отклика.

Предметом данной работы стало создание методов и экспериментальных установок для изучения динамики тепловых процессов при управляемом локальном импульсном воздействии на вещество по принципу «накачка-зондирование».

Методом управляемого нагрева тонкого проволочного нагревателя обеспечивается регулируемая плотность теплового потока для исследований особенностей теплообмена вблизи температуры достижимого перегрева жидкостей.

Применение лазерного нагрева и световода в качестве зонда позволило работать в стесненных условиях пузырьковой камеры и установки терморекфлексометрии. Методами управляемого импульсного лазерного облучения были исследованы условия возникновения и динамика роста паровой фазы в приграничном слое микронного масштаба, а также тепловая релаксация миниатюрного твердого образца при криогенных температурах.

Степень разработанности темы исследования

Идея использовать нестационарный режим для измерения тепловых характеристик относится еще к XIX-му веку. В середине XX-го века в нашей стране развиваются теоретические основы динамических измерений. В экспериментальных установках широкое распространение получает группа методов с импульсным нагревом тонкой металлической нити, которая одновременно выступает нагревателем и термометром сопротивления. Метод нагрева импульсом постоянной мощности с малым перепадом был применен для измерения теплопроводности жидких сред. Импульсный режим нагрева проволочного нагревателя использовался для определения температуры достижимого перегрева ряда жидкостей. Параллельно, за рубежом, исследователи активно развивали оптические бесконтактные методы. Появляется метод Паркера для получения теплофизических характеристик при облучении образца мощным световым импульсом и последующем анализе его температурной релаксации. Современные установки используют мощные лазеры с пико- и фемтосекундными импульсами по принципу «накачка-зондирование», применяемые как для измерения тепловых свойств материалов, так и для изучения динамических процессов электронного и фононного транспорта в твердых материалах. Перспективным направлением в развитии эксперимен-

тальных средств можно выделить применение волоконной оптики и волоконных приборов управления излучением.

Цель работы заключается в разработке и модернизации средств физического эксперимента для исследования импульсных тепловых процессов в малоразмерных образцах на микро- и субмикросекундных интервалах времени по принципу «накачка-зондирование».

Задачи исследования

1. Разработка устройства для измерения теплоотдачи к жидким средам с использованием программируемого двухимпульсного нагрева проволочного зонда. Обеспечение повторяемости режима нагрева проволочного зонда для регистрации малых изменений относительной теплоотдачи (10^{-3}) на миллисекундных интервалах времени.

2. Разработка метода и модернизация установки с пузырьковой камерой для исследования условий возникновения оптически активированного фазового перехода в перегретом *n*-пентане и измерения скорости перемещения границы раздела пар-жидкость вблизи твердой поверхности кварцевого световода.

3. Разработка метода и установки на основе оптоволоконной техники для исследования процесса тепловой релаксации при импульсном облучении микрометрического участка поверхности твердых малоразмерных образцов при комнатных и криогенных температурах.

Научная новизна

Применены новые методы измерения, устройства и экспериментальные установки для исследования импульсных тепловых процессов в малоразмерных образцах на микро- и субмикросекундных интервалах времени, позволяющие проводить измерения в ранее недоступных условиях для кратковременно неравновесных состояний вещества. В данной работе:

- выполнен мониторинг процессов растворения примесей и расслаивания в растворах при изменении температуры на установке с импульсно нагреваемым проволочным зондом.

- впервые получены значения скорости движения паровой фазы на границе световод-перегретая жидкость при разных температурах перегрева н-пентана для начальной стадии фазового перехода;

- найдены необходимые уровни мощности импульсного лазерного излучения и энергии для активации вскипания н-пентана в зависимости от степени перегрева.

- впервые получены данные о температурной релаксации полупроводников Ge, ZnSe:Ni, InSb при криогенных температурах на установке лазерного импульсного нагрева поверхности твердых образцов.

Теоретическая значимость

Разработан метод измерения скорости перемещения границы раздела пар-жидкость с использованием принципа лазерной доплеровской велосиметрии при вынужденном вскипании жидкости в широком диапазоне степеней перегрева. Разработан метод регистрации процесса тепловой релаксации микрометрического участка поверхности твердого образца после нагрева оптическим импульсом. Выяснена определяющая роль эффекта термодформации поверхности на величину сигнала термоотражения в экспериментах с исследованием непрозрачных твердых образцов по методу «накачка-зондирование» с передачей излучения через световод.

Практическая значимость

Практическая ценность разработанных методов и устройств обусловлена возможностью их применения для экспресс-диагностики технологических жидкостей и конструкционных материалов в экстремальных условиях. Устройство с проволочным зондом позволяет отслеживать содержание микроколичеств влаги в энергетических маслах на производственных установках, а также контролировать фазовое состояние многокомпонентных жидкостей в процессах химического синтеза. Разработанный метод импульсного лазерного нагрева поверхности может быть применен для исследования образцов малых размеров при экстремальных внешних условиях. Метод позволяет проводить измерения температуропроводности приповерхностных слоев твердых непрозрачных тел с локализацией области

измерения порядка 20 – 100 мкм. Возможно применение метода для определения неоднородности свойств по площади образца. Практическая ценность метода обусловлена возможностью локальных измерений тепловых свойств тонких приповерхностных слоев материала в технологических циклах производства.

Методология и методы исследования

1. Разработанное устройство с проволочным зондом реализует метод двухимпульсного нагрева и компенсационный метод измерения относительного коэффициента теплоотдачи зонда к исследуемым жидкостям.

2. На модернизированной установке пузырьковой камеры проводятся исследования методом активации вскипания перегретой жидкости лазерным импульсом малой энергии через световод. Разработан метод измерения скорости движения паровой фазы с помощью принципа доплеровской велосиметрии на границе световод-перегретая жидкость.

3. Разработан метод исследования термодформационных эффектов при импульсном лазерном нагреве приповерхностных слоев непрозрачных материалов по принципу «накачка-зондирование».

Положения, выносимые на защиту

1. Разработанное устройство для измерений нестационарной теплоотдачи от проволочного зонда с автоматической калибровкой каналов обеспечивающее повторяемость режимов нагрева для регистрации малых изменений теплоотдачи (10^{-3}) на миллисекундных интервалах времени.

2. Метод и экспериментальная установка для исследования вскипания жидкости в миниатюрной пузырьковой камере со световодом позволяющие исследовать условия оптической активации фазового перехода и скорость перемещения границы раздела жидкость-пар на микросекундных интервалах времени.

3. Разработанные метод и приборная база для импульсной лазерной термо-рефлектометрии через световод, позволяющие проводить измерения тепловых процессов на поверхности твердых образцов с локальностью 20–100 мкм на микросекундных интервалах времени.

4. Экспериментальные данные импульсной лазерной терморелефлектотометрии, определенные по временным зависимостям релаксации наведенной температурной неоднородности, которые находятся в соответствии с термомодеформационной моделью для металлических образцов.

Личный вклад автора

Автором лично разработаны и изготовлены оптоэлектронные устройства, примененные как отдельно, так и в составе экспериментальных установок. При непосредственном участии автора проведена разработка и модернизация методов и средств исследований, проектирование и сборка установок, проведение экспериментов, выполнение расчетов, обобщение данных опытов.

Постановка задач исследования и разработка методов с численным моделированием выполнены автором совместно с руководителем А.А. Старостиным и научным консультантом – профессором П.В. Скриповым.

Апробация работы

Применение разработанных методов и средств исследований выполнено совместно с сотрудниками Института теплофизики и Института физики металлов УрО РАН. Результаты работы докладывались на 13 конференциях, среди которых: Российская конференция по теплофизическим свойствам веществ, РКТС-16, 2023; Всероссийская конференция по волоконной оптике ВКВО-2023, 2023; VIII Российская национальная конференция по теплообмену 2022; Международная научно-техническая конференция по современным методам и средствам тепло-физических исследований, Санкт-Петербург, 2015, 2017, 2019, 2021, 2023.

Работа поддержана Российским научным фондом, проекты: № 19-19-00115, № 22-29-00789.

Достоверность результатов

Достоверность результатов подтверждается метрологическим обеспечением приборной базы, проведением калибровочных опытов, воспроизводимостью результатов, сравнением с данными общепризнанных методов теплофизических измерений и результатами численного моделирования.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 28 печатных работ, из них 14 статей в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и аттестационным советом УрФУ, из которых 9 проиндексированы в базах Scopus и Web of Science, и 1 патент РФ на полезную модель.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений, списка использованной литературы из 93 наименований. Работа изложена на 133 страницах, содержит 2 таблицы и 66 рисунков.

Соответствие паспорту специальности

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 1.3.2. «Приборы и методы экспериментальной физики» в области физико-математических наук.

Благодарности

Автор выражает благодарности: научному руководителю Старостину Александру Алексеевичу за вовлечение автора в столь непростую, но интересную научную область, за конструктивную критику, помощь и поддержку на всех этапах работы; научному консультанту – профессору Павлу Владимировичу Скрипову за неоценимую помощь в подготовке публикаций и научное рецензирование представленной работы; Гурашкину Александру Леонидовичу, без которого вряд ли стала осуществима оптоволоконная часть работы; Лукьянову Кириллу Валерьевичу за помощь в создании программ для персонального компьютера; Лончакову Александру Трофимовичу и Бобину Семену Борисовичу за возможность осуществить эксперименты при криогенных температурах; Решетникову Александру Васильевичу, Каверину Алексею Михайловичу за конструктивную критику и ценные замечания; Шангину Виктору Владимировичу, Волосникову Дмитрию Владимировичу, Поволоцкому Илье Ильичу за помощь в проведении экспериментов; моей супруге, Титовой Наталье Олеговне, за помощь в редактировании работы, всестороннюю поддержку и пристальное внимание к деталям.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ИМПУЛЬСНЫХ МЕТОДОВ «НАКАЧКА-ЗОНДИРОВАНИЕ» ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ

1.1 Введение

Нестационарные методы получения теплофизических характеристик известны еще со второй половины XIX века. В 1861 году шведский физик Ангстрем опубликовал работу [7], посвященную измерению теплопроводности металлического стержня малого диаметра методом периодического нагрева. Эксперименты проводились при неустановившемся температурном режиме, в котором один из концов стержня циклически нагревался и охлаждался. Интересно отметить динамику теплового процесса в эксперименте того времени: температура нагрева изменялась с периодичностью в 24 минуты. По измерению распределения температур по длине стержня в установившемся периодическом режиме определялась теплопроводность. В то время, метод Ангстрема не получил большого распространения и дальнейшее развитие теплофизических измерений опиралось на стационарные методы. В середине XX-го века в нашей стране развиваются теоретические основы динамических измерений, такие как теории регулярных режимов, начальной стадии теплопереноса [8]. Впервые появляется возможность обстоятельного изучения тепловых процессов локального действия мгновенных тепловых источников. В числе первых исследователей развивавших методы мгновенных тепловых источников можно отметить академика Лыкова и его учеников: М.А. Каганова, В.В. Власова, М.В. Кулакова [9]. В экспериментальных установках динамических измерений широкое распространение получает группа методов с нагревом тонкой металлической нити, которая одновременно выступает нагревателем и термометром сопротивления. Метод нестационарного нагрева нити импульсом постоянной мощности и одновременным считыванием хода температурной кривой использовался для определения теплопроводности жидких сред. В то же время получают развитие модуляционные методы, разработанные под руко-

водством Л.П. Филиппова, О.А. Краева, И.И. Новикова и др. [10]. Методы берут начало от работ Ангстрема, однако, разработанная к этому времени теоретическая основа и техническая база выводит их на новый уровень. С помощью модуляционных и импульсных нестационарных методов началось исследование теплофизических свойств материалов при высоких температурах. В цикле работ В.П. Скрипова и П.А. Павлова с сотрудниками, импульсный режим нагрева малоинерционного проволочного нагревателя использовался для определения температуры достижимого перегрева ряда жидкостей (см. работу [2] и ее библиографию). Параллельно, за рубежом, исследователи активно развивали импульсные бесконтактные методы. Первой публикацией, где было описано применение метода импульсного нагрева световым излучением для измерения одновременно нескольких теплофизических параметров, была работа Паркера и др. (США, 1961 год) [11]. Плоский металлический образец с фронтальной стороны облучался импульсом света от лампы-вспышки с длительностью импульса порядка 500 мкс, с обратной стороны образца была прикреплена термопара для считывания температурного отклика. Впоследствии метод обрел большую популярность, в основном, благодаря появлению лазерных импульсных источников, что позволило заменить лампу-вспышку и значительно расширить возможности измерений. С применением лазеров по методу Паркера было создано большое количество экспериментальных установок, в том числе, коммерческого применения. Появление быстродействующей электроники дало возможность создавать и изучать все более скоростные тепловые процессы, в том числе локального действия. Современный этап развития импульсных теплофизических методов связан с запросом на исследование новых материалов для микроэлектроники, изучения сложных объектов химической промышленности. В данной главе будут рассмотрены ключевые особенности методов и установок для локальных импульсных теплофизических измерений, объединенных общим принципом «накачка-зондирование», представляющих большой интерес для современных приложений и побудивших автора к разработке новых методов исследований.

1.2 Особенности теплофизических измерений и экспериментальных установок при исследованиях локальных быстропротекающих тепловых процессов

1.2.1 Установки нагрева проволочного зонда по принципу «накачка-зондирование»

Метод температурного плато

Тонкая платиновая нить, как источник теплового действия, оказалась очень удобна для применения в опытах по теплообмену [12], в том числе в импульсных экспериментах [13]. Проволочный нагреватель по своей сути является термоэлектрическим сопротивлением, поэтому может быть легко встроен в электрические схемы разнообразных конструкций [14]. В работе [15] впервые описывается метод управляемого нагрева проволочного зонда для исследования термоустойчивости полимерных жидкостей. Суть метода состоит в быстром достижении заданной температуры импульсом напряжения, а затем поддержании температуры в течение некоторого времени вторым стабилизирующим импульсом по типу температурного плато. Режим работы установки, где реализован принцип накачка-зондирование, авторы называют режимом жесткой температурной стабилизации. Короткий импульс тока неуправляемого нагрева (импульс накачки), формируется разрядом на проволоку накопительного конденсатора необходимой емкости. Данный импульс сообщает зонду и тонкому пристеночному слою жидкости энергию, необходимую для достижения заданной температуры. Второй зондирующий импульс тока сложной формы компенсирует падение теплового потока от проволоки в жидкость (в результате ее прогрева) поддерживая среднеинтегральную температуру зонда на выбранном уровне. Особенности организации второго (зондирующего) импульса в данной установке представляют интерес. Для поддержания температуры на измерительном импульсе необходимо было решить задачу компенсации меняющегося от времени теплового потока, путем управления кривой мощности в процессе нагрева. Авторами [2] реализовано два варианта такого

управления: следящая система с аналоговой петлей обратной связи и цифровая система подгонкой кривой тока. Метод был успешно применен для исследования природы вскипания полимерных жидкостей, а также для оценки вклада в этот процесс термодеструкции. Хотя метод успешно применялся в практике теплофизических измерений, его ограничением стала необходимость периодической подстройки устройства под объекты с существенно отличающимися тепловыми свойствами. Если использовался аналоговый режим работы, требовалась подстройка контуров регулирования. В цифровом режиме требовалось периодически проводить процедуру определения и подгонки кривой мощности нагрева. В результате А.А. Старостиным, П.В. Скриповым [16] был разработан упрощенный вариант метода температурного плато сохраняющий его основную идею: метод двухимпульсного нагрева проволочного зонда постоянным током.

Метод двухимпульсного нагрева

Идея метода состояла в быстром выходе нагревателя на заданную температуру, а затем ее поддержания вблизи некоторого, заданного значения относительно простыми техническими средствами. Измеряемым параметром становится температурная зависимость от времени нагревателя на втором импульсе, которая характеризует теплообмен [17]. На рисунке 1.1 представлен принцип измерения двухимпульсным методом с нагревом зонда постоянным током. В данном методе также используется принцип накачка-зондирование. Первый импульс постоянного тока (импульс накачки) производит нагрев до некоторого выбранного значения температуры зонда T_1 , затем проводится переключение тока на второй измерительный импульс (зондирующий) значительно меньшей амплитуды тока. Если температура проволоки достигает заданного значения на измерительном импульсе, процесс нагрева завершается.

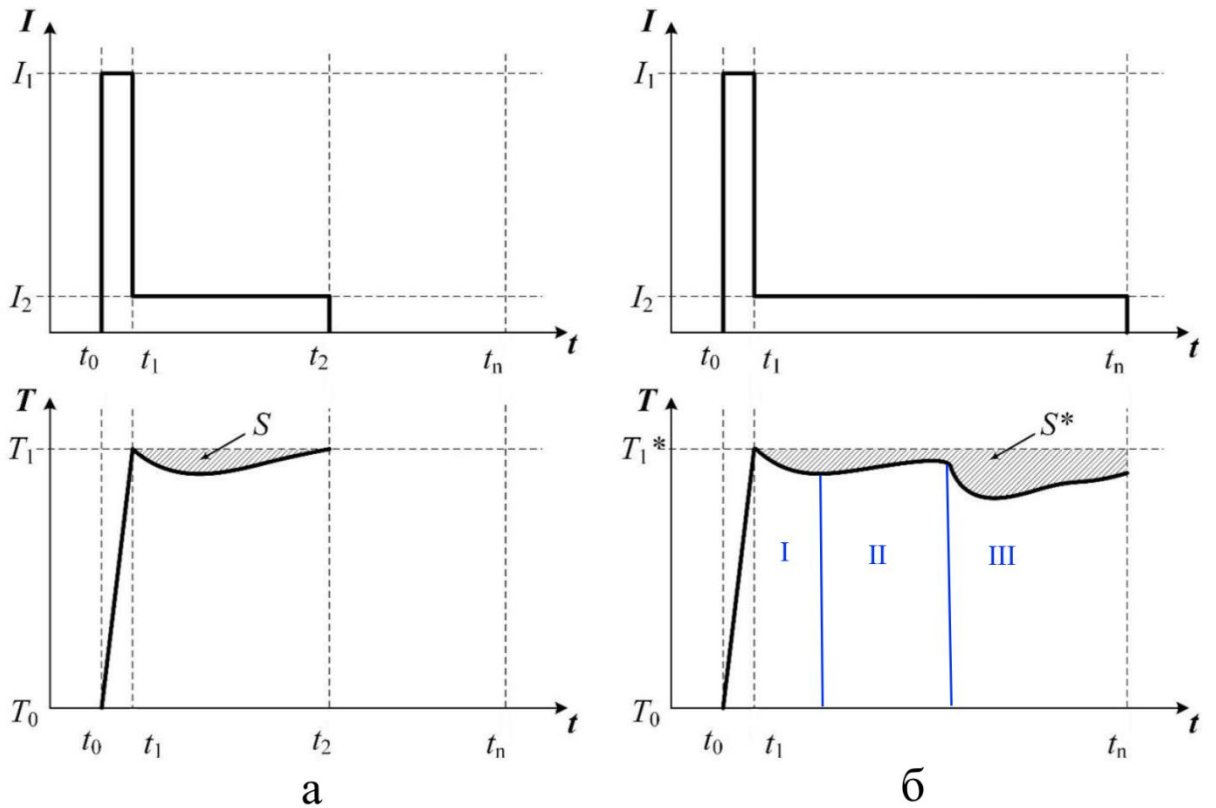


Рисунок 1.1 – Принцип двухимпульсного нагрева зонда. Процесс нагрева без вскипания (а). Проявление спонтанного вскипания с резким изменением температуры зонда на переходе II-III (б).

На рисунке 1.1 (б) синим выделены три стадии теплового процесса, характерные для нагрева зонда до температуры вблизи линии достижимого перегрева жидкости. После перехода на измерительный импульс в момент времени t_1 происходит монотонное охлаждение зонда (зона I) вследствие относительно большого теплового потока в непрогретую жидкость, превышающего мощность тепловыделения нагревателя ($q_3 < q_{cp}$). По мере прогрева пристеночного слоя проволоки, тепловой поток снижается и процесс переходит в стадию II ($q_3 > q_{cp}$). В момент перехода I-II выполняется условие $q_3 = q_{cp}$. Если на измерительном участке происходит вскипание жидкости вблизи проволоки, то появляется стадия III резкого охлаждения ввиду дополнительного оттока тепла на фазовый переход. Вид температурной кривой на этапе зондирующего импульса характерен для быстропротекающего теплового процесса в системе зонд-перегретая жидкость до времен начала кон-

векции. Двухимпульсный метод оказался удобен для исследования неустойчивых состояний перегретой жидкости, в широкой области температур перегрева. Для успешного применения двухимпульсного метода, необходимо иметь возможность правильно подобрать условия нагрева для исследуемой жидкости. Верная настройка параметров эксперимента должна обеспечивать описанные выше условия теплообмена как минимум для двух стадий: I – II (рисунок 1.1 (б)).

Сложность настройки состоит в том, что вид измеряемой кривой существенно зависит от свойств жидкости. Первые аппаратные реализации метода применялись, в основном, для измерения температуры спонтанного вскипания и настраивались для использования с конкретной жидкостью и размером зонда [18]. На рисунке 1.2 представлена упрощенная схема аппаратной части устройства – одной из первых реализаций метода двухимпульсного нагрева постоянным током.

Схема на рисунке 1.2 работает следующим образом. Резисторы R_1 , R_z и R_p , R_2 образуют мостовую схему подачи тока в нагреватель R_z и считывания сигнала разбалансировки моста с помощью ОУ1 и К. Перед началом опыта регулируемый цифровой потенциометр R_p настраивается на соответствие сопротивлению зонда R_z , нагретому до заданной температуры опыта, таким образом, чтобы выполнялось условие баланса:

$$R_z * R_p = R_1 * R_2 \quad (1.1)$$

Нагрев зонда R_z запускается путем подачи напряжения на затвор транзистора T_2 . По мере нагрева, когда температура R_z достигнет заданной величины, напряжение на входе компаратора К перейдет нулевой порог, компаратор включит транзистор T_3 , что приведет к падению напряжения на неинвертирующем входе ОУ2, а, следовательно, и тока в цепи нагревателя. Таким образом, рост сопротивления R_z с температурой до некоторой заданной величины приведет к прекращению уставки тока на сниженный, зондирующий уровень. В течение всего процесса нагрева измерительная схема на ОУ1 и АЦП используется для записи сигнала и последующего расчета температурной кривой нагрева.

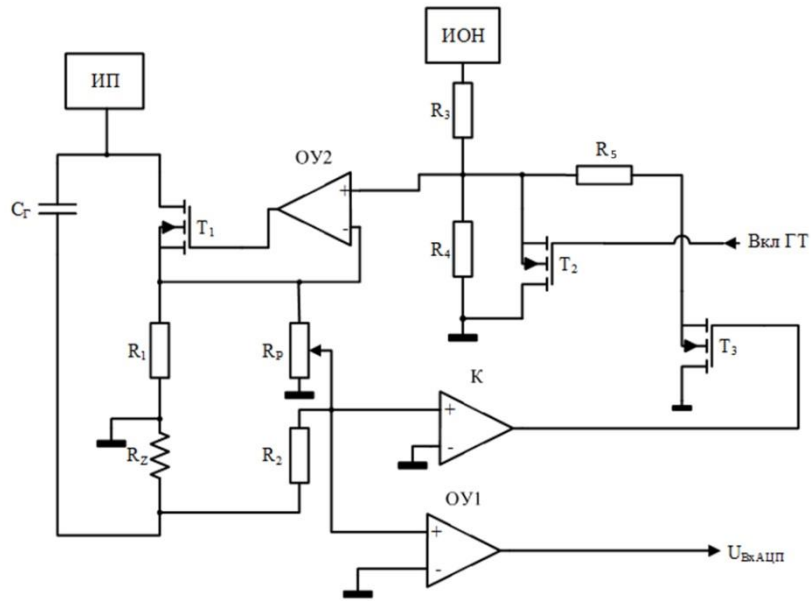


Рисунок 1.2 – Упрощенная схема нагрева для устройства по двухимпульсному методу с фиксированными уровнями токов первого и второго импульса.

Главным недостатком такой схемы являются фиксированные уровни токов импульсов накачки и зондирования, устанавливаемых с помощью подбора сопротивлений R_1, R_3, R_4, R_5 , напряжения ИОН.

Дальнейшим этапом развития устройства стало введение цифрового задатчика тока второго импульса. Обновленное устройство было успешно применено для изучения особенностей теплообмена вблизи линии достижимого перегрева углеводородных жидкостей с малыми добавками воды. Так в работах [18, 19] показано непропорциональное влияние на теплообмен малых добавок влаги в углеводородные жидкости с разным молекулярным составом. Эффект значительно проявлялся при нагреве обводненных образцов вблизи их температуры спонтанного вскипания. Например, для *n*-гексадекана добавка воды в 50 ppm приводила к увеличению теплоотдачи до 20 % при температурах нагрева вблизи 320 °С. Для получения данных относительного коэффициента теплоотдачи требовалась измерение двух близких по свойствам веществ, при этом, в экспериментах, проводилась точная регулировка тока в небольших пределах. Если же требовалось измерение образцов со значительной разницей свойств, выявились недостатки измери-

тельной системы обновленного устройства. Накопленный авторами данного метода массив экспериментальных данных, полученных на различных образцах, позволил сделать вывод, что применимость метода в значительной степени зависит от возможности устройства варьировать основные параметры импульсного эксперимента: температуру и уровни токов нагрева. Гибкость настроек обеспечивает наиболее подходящие для определенной системы зонд-жидкость условия нагрева.

1.2.2 Установки с оптическим зондированием для локального исследования переходных тепловых режимов в жидких средах

Релаксационные процессы в жидкостях после нарушения условий термодинамического равновесия могут иметь различную скорость. В случае фазовых переходов при кипении или кавитации происходят локальные сверхбыстрые процессы образования и схлопывания паровых пузырьков [20–23]. Начало исследования динамики паровых пузырей связано с открытием эффекта кавитации. В 1917 году Лордом Релеем опубликована работа [24], в которой выводится уравнение, описывающее коллапс сферического пузыря окруженного несжимаемой вязкой жидкостью. В формуле Релея не учитывались тепловые эффекты и поверхностное натяжение, а использовалось приближение, в котором динамика определяется разницей давления паровой и жидкой фазы. Таким образом, скорость роста пузыря в модели Релея, контролируется только силами инерции жидкости. В последующих работах [25, 26] и др. развивается теория роста парового пузыря в перегретой жидкости, в которой скорость ограничивается процессом передачи тепла через межфазную границу жидкость-пар. Однако, экспериментальные исследования скоростных процессов роста пузырей, стали возможными только после развития оптических средств регистрации. Для экспериментального исследования скорости роста одиночного пузыря применялись методы стробоскопической [27] фотосъемки. В последствие, с появлением цифровых камер проведено большое количество исследований, в том числе современных, посвященных

визуализации динамики вскипания на проволочном нагревателе [28], в миниатюрной пузырьковой камере [29], проведенных с помощью скоростной видеосъемки. При этом разрешающая способность по времени для методов отслеживания процесса роста пузырьков ограничена размером пузырька и максимальной частотой кадров видеосъемки.

Оптический метод скоростного лазерного детектирования вскипания жидкости при импульсном разогреве на твердой поверхности

Миниатюрные плоские нагреватели могут быть использованы для изучения скоростных процессов парообразования на твердой поверхности [30]. Небольшая площадь тепловыделяющей поверхности дает возможность получать сверхвысокие плотности теплового потока и соответственно скорости разогрева поверхностного слоя жидкости. В работе [31] авторы применяют быстродействующий фотодетектор и лазерный источник для определения условий возникновения взрывного вскипания на миниатюрном нагревателе при импульсном тепловыделении. Результат работы установки показан на рисунке 1.3. К миниатюрному резистивному нагревателю размером 100×110 мкм, погруженному в кювету с жидкостью, подключен импульсный источник тока, обеспечивающий быстрый разогрев с плотностью теплового потока до 1500 МВт/м^2 . При данной плотности теплового потока и малых размеров нагревателя вскипание воды происходит за время менее чем 1.5 мкс. Для получения сигнала-отклика применена оптическая система с лазерным источником постоянной мощности и фотодетектором для считывания отраженного излучения от поверхности нагревателя.

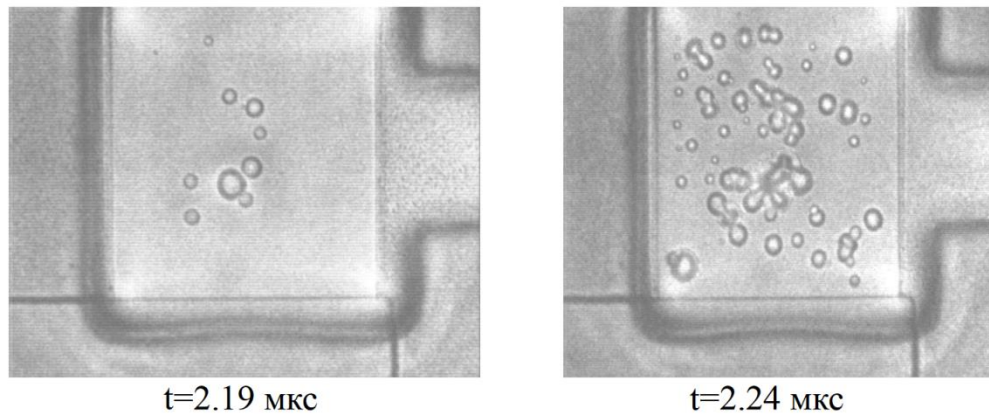


Рисунок 1.3 – Начальная стадия кипения на миниатюрном нагревателе $100 \times 110 \text{ мкм}^2$ с тепловым потоком 310 МВт/м^2 [31].

Момент вскипания фиксируется по снижению интенсивности излучения на фотодетекторе, происходящее вследствие уменьшения отражательной способности поверхности нагревателя при ее заполнении паровыми пузырьками.

Лазерный нагрев жидкости с использованием волоконного световода

Кварцевые волоконные световоды используются как среда передачи оптического излучения высокой интенсивности в составе аппаратов обработки и структурирования поверхности твердых тел, лазерной резки металлов, гравировки и т.д. Малый диаметр световедущей жилы, вместе с высокой интенсивностью источника, позволяет получить плотности мощности при выходе излучения из волокна в среду выше ГВт/м^2 . С данным фактом связан интерес исследователей к применению световода как источника локального нагрева и перегрева в жидких средах. Помещение свободного торца световода в жидкость образует систему с границей раздела двух сред. При пропускании по волокну оптической мощности, часть излучения поглощается в жидкости, вызывая локальный нагрев со вскипанием вблизи границы раздела.

В работе [32] авторы применили кварцевый световод с диаметром 600 мкм для генерации паровых пузырей и наблюдения процессов спонтанного вскипания в недогретой жидкости. В воду погружался свободный торец световода, на кото-

рый сфокусирована высокоскоростная видеокамера (до 100 тыс. кадров/с). В световод поступало лазерное излучение с высоким коэффициентом поглощения ($>10^3 \text{ м}^{-1}$) на длине волны 1,94 мкм и мощностью 10 Вт.

Излучение поглощалось вблизи торца световода (рисунок 1.4), разогревая небольшой слой жидкости, в котором происходило спонтанное вскипание, а затем схлопывание паровых пузырей с образованием гидродинамических потоков.

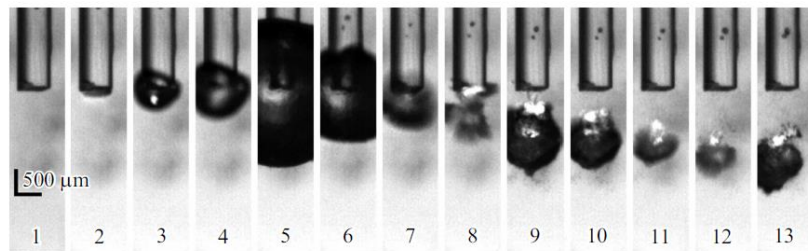


Рисунок 1.4 – Динамика развития парового пузырька при подаче постоянно-го греющего излучения мощностью 10 Вт. Шаг съемки 40 мкс.

Установка и метод были применены авторами для изучения особенностей образования струй жидкости вследствие кавитационного схлопывания пузырька.

Установки с применением волоконного световода как датчика плотности жидкости

Погруженный в жидкость свободный торец световода может быть использован не только для подачи излучения в среду, но и как чувствительный элемент оптического датчика. Эффект частичного отражения света от границы раздела световод-жидкость может применяться для получения информации о свойствах среды в тонком пограничном слое. Интенсивность отраженного света по закону Френеля определяется разницей в показателях преломления двух граничащих сред. Зависимость показателя преломления жидкости от ее плотности позволяет использовать волоконный датчик для определения текущего фазового состояния среды. Первым использовать волоконный датчик плотности предложил Авдеев и

др. [33]. Затем метод стал использоваться и другими авторами [34–36]. На рисунке 1.5 можно видеть схему волоконно-оптического рефлектометра.

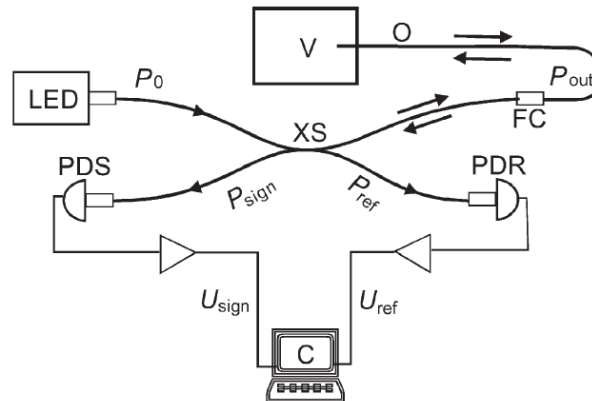


Рисунок 1.5 – Схема экспериментальной установки с волоконно-оптическим рефлектометром [33].

Свободный конец волокна зонда опускается в кювету с жидкостью (V), второй конец подключается через оптический разъем к ветке волоконного X-образного разветвителя (XS). К остальным веткам разветвителя подключается светодиодный источник (LED) и два фотодетектора (PDS) и (PDR). Излучение светодиода разделяется на два направления: в зонд с кюветой и фотодетектор опорного сигнала. Отраженное излучение от свободного конца волоконного зонда поступает в ветку, где установлен фотодетектор (PDR). Таким образом, оптоволоконная система позволяет измерять уровень отраженного излучения от границы раздела, а также контролировать флуктуацию мощности источника с помощью опорного фотодетектора. На рисунке 1.6 показано применение рефлектометра как детектора фазового состояния среды [36].

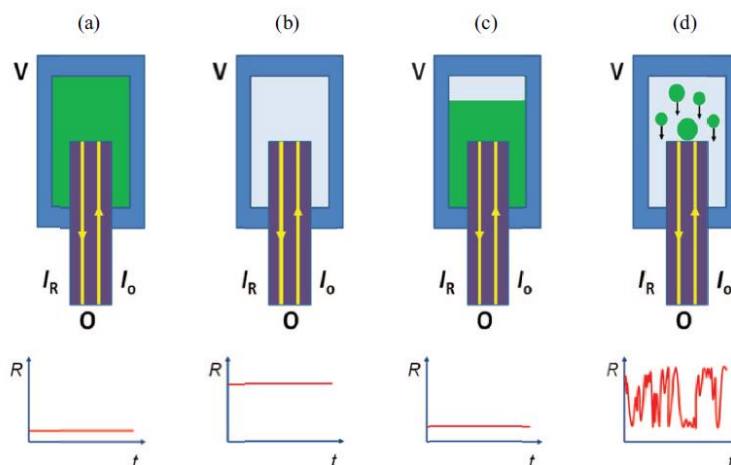


Рисунок 1.6 – Демонстрация работы оптоволоконного рефлектометра для определения фазового состояния среды [36].

Авторы применили оптическую схему, подобную изображенной на рисунке 1.5, для исследования испарения и конденсации, а также переходных процессов в жидком диоксиде углерода. На рисунке 1.6 (a), (c) – сигнал рефлектометра имеет низкий уровень при заполнении световода плотной жидкой фазой, (b) – для газовой фазы характерно увеличение сигнала отражения, так как отношение показателей преломления среды и волокна увеличивается, (d) – в переходном режиме при кипении скачки сигнала объясняются периодическим захватом торцом световода газовых пузырей.

Оптоволоконный рефлектометр был успешно применен для определения плотности и изучения спонтанного вскипания в равномерно перегретой жидкости миниатюрной пузырьковой камере [37–39]. Схема установки показана на рисунке 1.7.

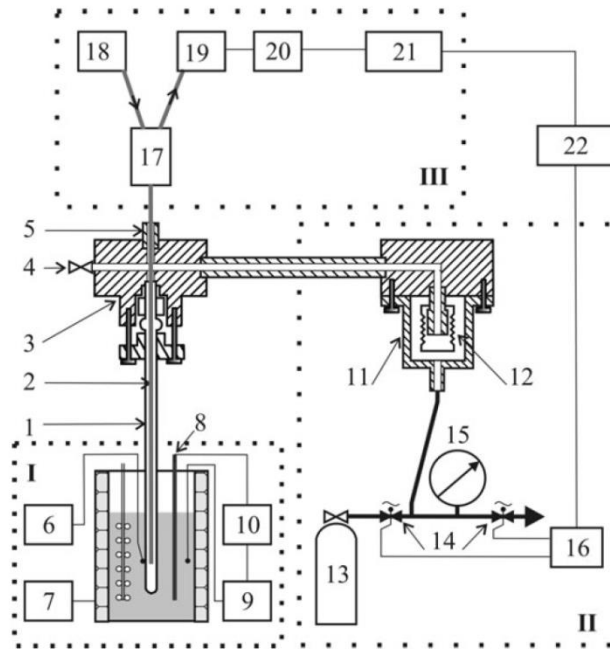


Рисунок 1.7 – Установка чистой пузырьковой камеры [37].

В миниатюрный стеклянный капилляр загружалась исследуемая жидкость (*n*-гексан). С помощью термостата в капилляре поддерживалась выбранная температура. Через разделяющий сиффон к исследуемой жидкости прикладывалось давление, для установления стабильного жидкого состояния при температуре опыта. Пневматическая система позволяла резко сбросить давление до атмосферного, переводя жидкость в перегретое состояние. В капилляр помещался волоконный зонд рефлектометра, подключенный к оптической системе, подобной изображенной на рисунке 1.5. В состоянии перегрева фиксировалась величина отраженного излучения волоконного рефлектометра, которая затем использовалась для расчетов плотности среды. В результате были получены данные о плотности в широком диапазоне перегретых состояний по давлению и температуре (рисунок 1.8).

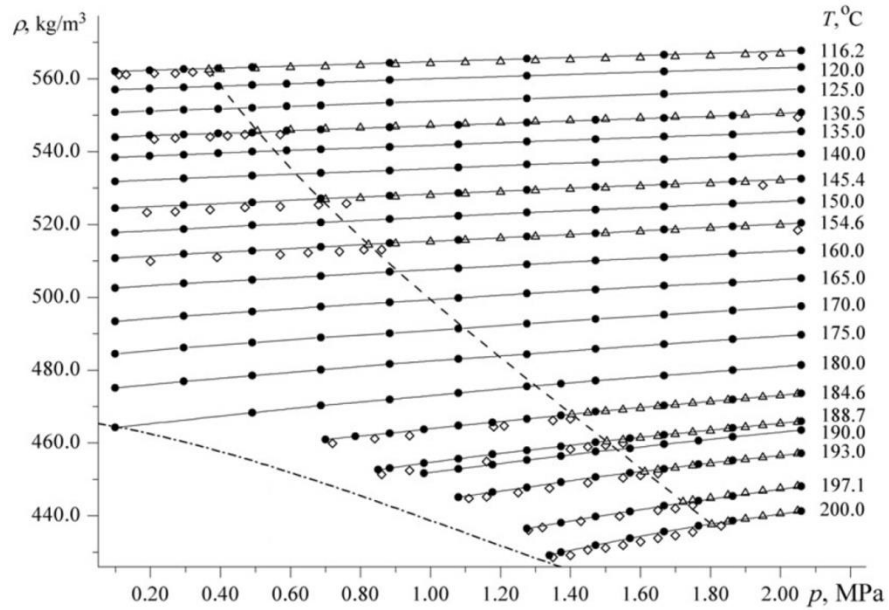


Рисунок 1.8 – Зависимость плотности н-гексана от давления при различных значениях температуры для н-гексана [37].

В работе [40] авторы совместили методы активного действия на жидкость лазерным излучением [32] и измерения плотности, погрузив в капилляр пузырьковой камеры два световода. Первый световод использовался для управления распадом перегретой жидкости (активации), второй – для отслеживания фазового состояния. Активация вскипания проводилась путем подачи импульсного излучения длины волны 980 нм и мощностью 200 мВт. В работе отмечается пороговый характер вскипания по интенсивности активирующих импульсов и практически полное отсутствие зависимости данного порога от их длительности (в диапазоне 0,1 – 50 мкс). Вместе с тем, остался не ясным механизм действия лазерных импульсов активации и скорость развития последующих переходных процессов.

1.2.3 Установки импульсного лазерного нагрева и считывания по методу термоотражения

После появления лазерной техники и когерентной оптики для исследования быстрых тепловых процессов в твердых телах стали доступны новые инструменты. Идея Паркера о коротком нагреве вспышкой света получила дальнейшее раз-

витие. Импульсное сфокусированное излучение лазера использовалось как точечный тепловой источник, подводящий заданную порцию энергии к образцу и создающий тепловое возмущение в ограниченной области пространства. Методы фототермической лазерной радиометрии использовали лазер для нагрева, а в качестве теплового сигнала использовали собственное излучение образца. Системы пассивного считывания имели недостатки: слабый сигнал теплового излучения при малых температурах нагрева, сложность фокусировки и доставки излучения до приемника, невозможность управления процессом измерения. Введение активного зондирования с помощью постоянного или импульсного лазерного излучения позволило устранить некоторые из них. Лазерный зондирующий луч малой мощности подавался в зону нагрева, где формировалось отраженное излучение, модулированное тепловым воздействием. Так появилась группа методов под общим названием «нестационарное термоотражение», в англоязычной литературе – transient thermorefectance (TTR). Методы TTR объединяет общий принцип «накачка-зондирование», где лазерный луч накачки вносит тепловое возмущение на образец, а модулированное зондирующее излучение несет информацию о динамике релаксации теплового процесса.

Первыми метод TTR с использованием пикосекундных лазеров применили Паддок и Исли [41] в 1986 году для измерения температуропроводности тонких металлических пленок толщиной десятки нанометров. Особенность экспериментов TTR была в том, что отсутствовала необходимость учитывать свойства подложки и ее тепловое взаимодействие с пленкой – и это было значительным преимуществом относительно применяемых тогда методов температурных волн. Схема экспериментальной установки показана на рисунке 1.9.

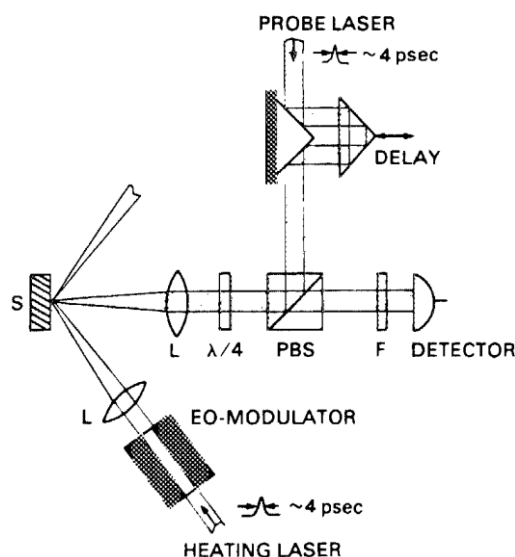


Рисунок 1.9 – Схема экспериментальной установки, Паддок и др. 1986 г. [41].

На поверхность образца под скошенным углом подается импульс накачки длительностью ~ 4 пс, образующий пятно нагрева около 20 мкм в диаметре. Прямое детектирование импульсного сигнала с временами порядка 10^{-11} с даже на сегодняшний день является сложной задачей. Поэтому для получения развертки отраженного зондирующего сигнала по времени был применен стробоскопический принцип измерения (рисунок 1.10).

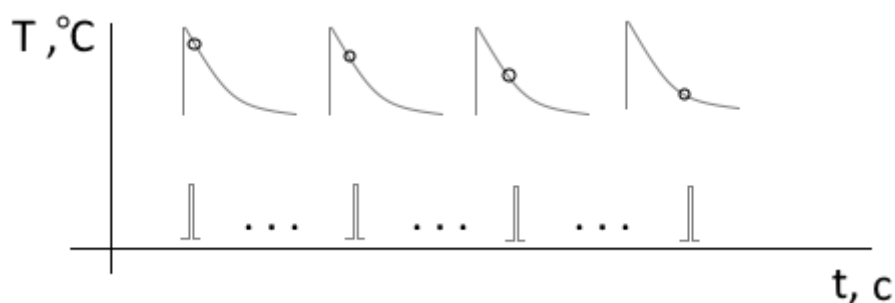


Рисунок 1.10 – Стробоскопический принцип измерения полезного сигнала.

Подобный принцип широко применяется для регистрации быстропротекающих процессов с помощью относительно медленных инструментов, однако для него требуется повторяемость и точное управление фазовой задержкой. На рисунке 1.10 сверху показана серия кривых релаксации температуры в точке нагрева,

снизу – импульс выборки, который фиксирует на фотодетекторе мгновенную амплитуду для различных времен относительно импульса накачки. Повторяемость кривых температуры в серии импульсов достигается выбором периода, при котором обеспечиваются одинаковые начальные условия для каждого нагрева. Фазовая задержка в установке регулируется изменением длины оптического пути зондирующего луча (рисунок 1.9 – блок delay). Импульс считывающего лазера выделяет необходимый участок кривой релаксации, который регулируется положением полупрозрачного зеркала в оптическом пути задержки (delay). Одинаковая длительность импульса накачки и зондирования не является проблемой, так как в опытах релаксация температуры минимум на порядок превышает время нагрева, что дает возможность получить достаточное разрешение по времени для сигнала отклика. Модуляция амплитуды отраженного зондирующего луча происходит вследствие изменения оптических характеристик поверхности образца в точке нагрева. Из описания метода следует относительно большое время проведения опытов, связанное с необходимостью накопления результатов на каждой временной точке.

Современные установки термоотражения [42–45], использующие нагрев сверхкороткими импульсами, имеют конструкцию, аналогичную показанной на рисунке 1.9. Конструкции совершенствуются путем внедрения новых методов выделения полезного сигнала, повышается точность измерений, расширяется спектр исследуемых материалов. На сегодняшний день существует большое количество модификаций и типов установок импульсного нагрева по принципу «накачка-зондирование». Основным типом является термоотражение во временной области, в англоязычной литературе имеет название *time-domain thermoreflectance* (TDTR). На рисунке 1.11 показана типовая схема установки TDTR [43], имеющая компоненты со схожими функциями, как и в установке Паддока, изображенной на рисунке 1.9. Титан-сапфировый лазер с длиной волны 800 нм генерирует импульсы с длительностью ~ 100 фс, которые разделяются на греющий луч большой амплитуды и считывающий луч малой мощности, не вызывающий существенного нагрева образца. Греющие импульсы попадают на образец,

проходя поляризационные светоделители, электрооптический модулятор, линию механической задержки и систему линз для фокусировки.

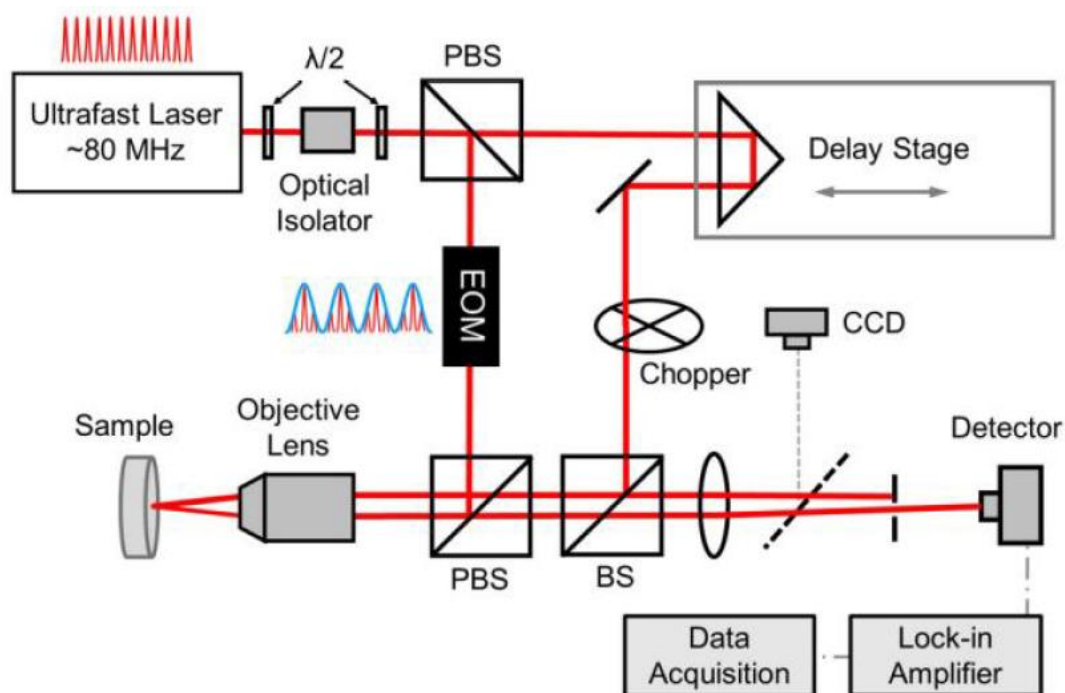


Рисунок 1.11 – Схема установки TDTR [43].

Линия задержки создает запаздывание импульса зонда относительно импульса накачки с высоким разрешением от нескольких наносекунд до единиц пикосекунд, давая стробоскопическую развертку. Для схемы на рисунке 1.11 искажения в детектируемый сигнал вносят такие явления как рассогласование пучков лучей накачки и зондирования, попадание остаточного сигнала накачки в измерительный тракт, а также накопительный тепловой эффект подачи нагревающих импульсов с высокой частотой следования.

Системы TDTR, использующие ультракороткие импульсы, хорошо подходят для исследования тепловых свойств тонких материалов. Большая величина отношения размера пятна нагрева к толщине прогретого слоя позволяет использовать одномерную тепловую модель распространения тепла в плоскости поверхности образца. Если использовать импульсы наносекундной длительности, существенными станут процессы распространения тепла вглубь образца. Таким обра-

зом, станет возможным изучение свойств, например, анизотропных материалов. Авторы работы [46] разработали установку с наносекундным нагревом и метод расчета для измерения теплопроводности как в плоскости пятна нагрева, так и по глубине образца. Схема установки показана на рисунке 1.12.

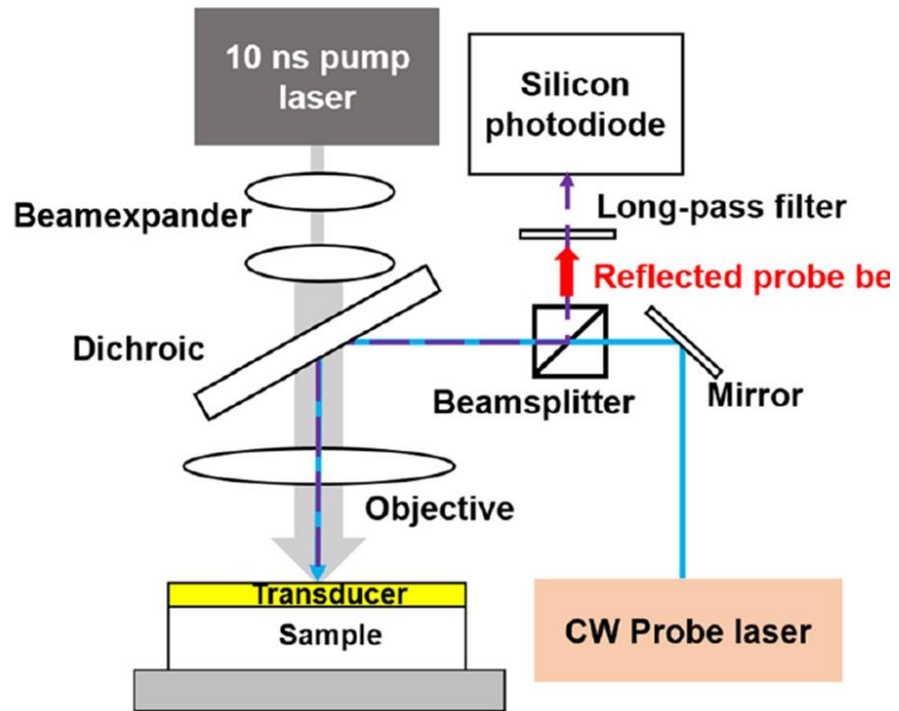


Рисунок 1.12 – Схема TDTR с наносекундным нагревом [46].

В отличие от классических систем TDTR, в данной установке используется постоянное зондирующее излучение, однако принцип регистрации температуры остается прежний. Импульс нагрева длительностью 10 нс поглощается тонким металлическим слоем, необходимым для эффективного поглощения оптического излучения на длине волны лазера накачки. В процессе остывания нагретой поверхности происходит изменение ее оптических свойств, что приводит к модуляции амплитуды отраженного постоянного излучения считывающего лазера. Модулированное отраженное излучение поступает на быстродействующий фотодетектор с полосой пропускания 300 МГц, затем электрический сигнал фотодетектора записывается высокочастотным осциллографом. Наносекундный нагрев дает характерные времена релаксации в микросекундном масштабе, что позволяет ре-

гистрировать тепловой сигнал в режиме реального времени с помощью быстродействующих электронных средств. Таким образом, в данной конструкции не требуется применение сложных систем стробоскопического или синхронного считывания в эквивалентном времени, что значительно снижает временные затраты на проведение опытов, упрощает как конструкцию, так и процедуру получения сигнала.

В большинстве конструкций TDTR применяются сложные оптические системы, требующие тщательного подхода к сборке, юстировке и эксплуатации. Частичная замена среды передачи оптического сигнала на гибкие оптоволокна дает возможность найти новые применения метода TDTR. В работе [47] авторы применяют жгут из 7000 многомодовых оптических волокон в составе оптической системы для уменьшения пространственной когерентности лазерного излучения. На рисунке 1.13 показана схема экспериментальной установки TDTR, где импульсный лазер используется в качестве стробоскопического источника подсветки с наносекундным разрешением фазовой задержки.

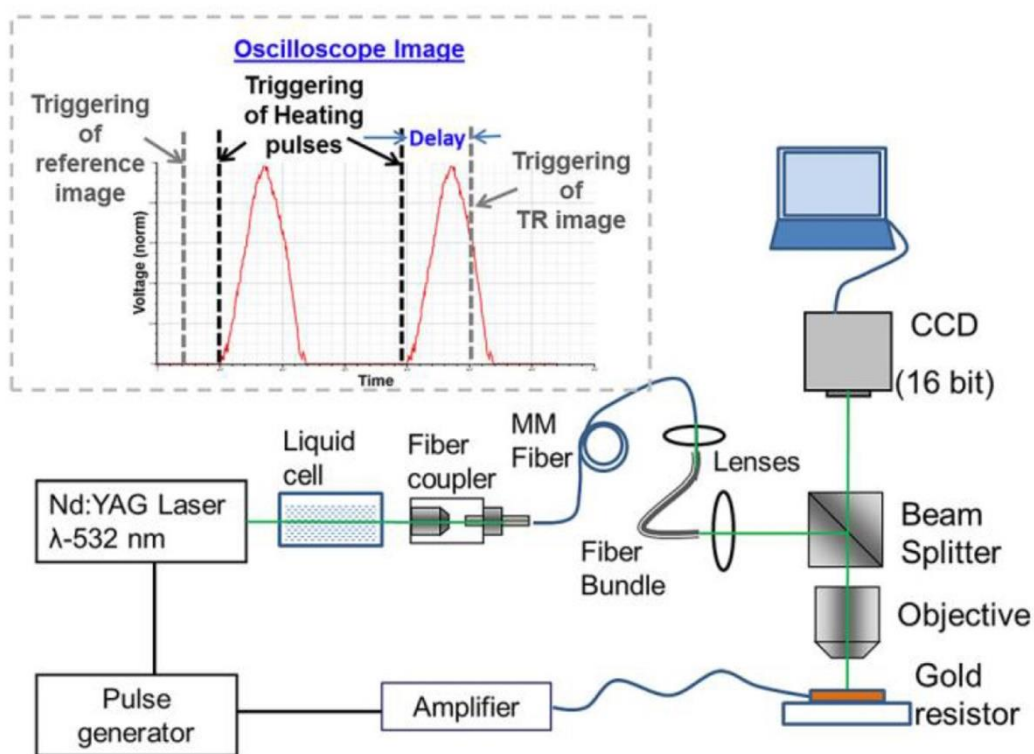


Рисунок 1.13 – Схема установки TDTR с фиксацией процесса нагрева на ПЗС матрице.

Камера с ПЗС матрицей фокусируется на миниатюрный плоский нагреватель (gold resistor) размером около 50 мкм. С помощью светоделительного куба в точку фокусировки подается излучение от Nd лазера, проходящее через специальную ячейку с жидкостью через пучок из многомодовых оптических волокон. Импульсный генератор подает два синхронизированных сигнала в лазер и электрический усилитель с регулируемой задержкой, затем усилитель пропускает через плоский нагреватель импульс тока для его быстрого разогрева. С задержкой относительно запуска процесса нагрева формируется импульс Nd лазера, подсвечивающий на короткое время тонкий нагреватель. Отраженные лучи подсветки попадают на ПЗС матрицу, создавая двумерную картину термоотражения в момент времени с заданной величиной задержки «Delay». Постепенно увеличивая задержку и проводя серию нагревов импульсами тока, можно получить развертку процесса охлаждения нагревателя во времени, подобно стробоскопическому принципу в системах TDTR с ультракороткими импульсами.

Излучение, проходя через ячейку с жидкостью, подвергается воздействию нелинейных оптических эффектов, что является причиной уширения спектральной полосы и уменьшения временной когерентности. Снижение пространственной когерентности достигается пропусканием лучей через многомодовые оптические волокна разной длины.

Влияние каждого активного участка прохождения излучения на качество изображения можно оценить на рисунке 1.14.

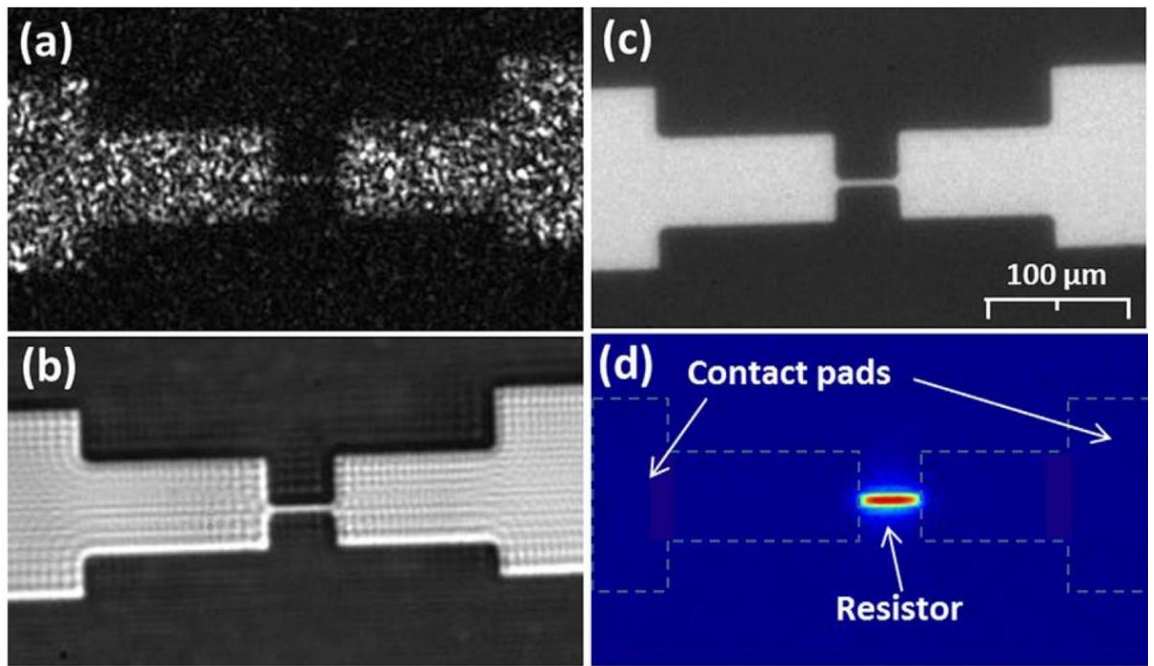


Рисунок 1.14 – Серия изображений тонкого нагревателя, полученного на ПЗС матрице: а – подача подсвечивающего излучения без ячейки с жидкостью и оптоволокон, б – установлена только ячейка с жидкостью, с – установлена ячейка с жидкостью и оптоволоконный жгут, d – результирующее изображение с импульсной подсветкой после нагрева.

На рисунке 1.15 показаны графики распределения температуры по длине нагревателя, полученные после обработки и предварительной калибровки сигналов термоотражения. Термограммы получены для трех временных интервалов задержки, по которым можно оценить динамику охлаждения нагревателя. Приведенный пример показывает большие возможности применения световодов в оптических системах измерения быстропротекающих тепловых процессов.

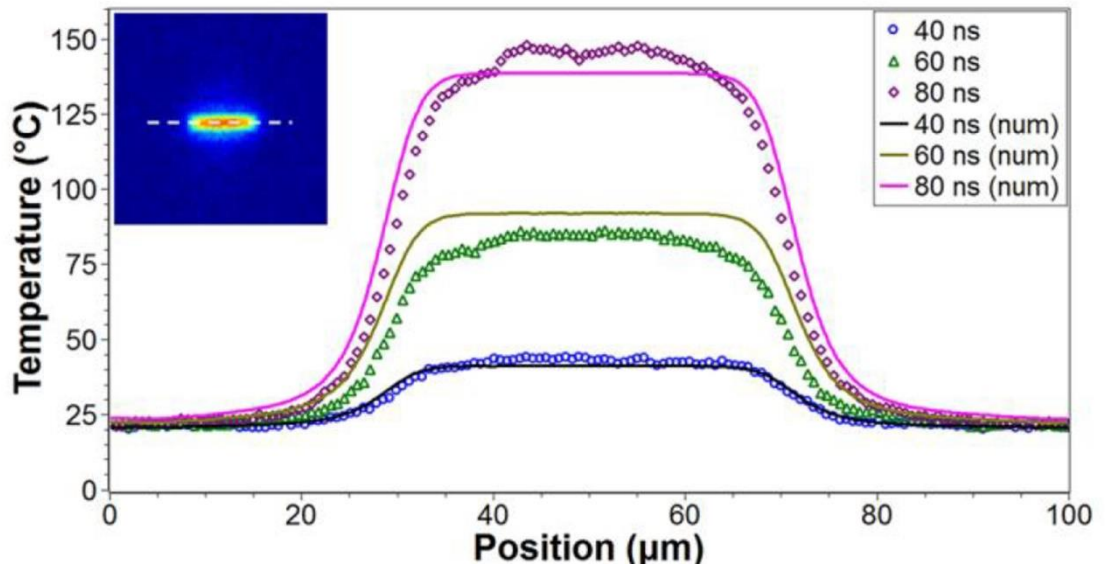


Рисунок 1.15 – Процесс охлаждения после импульсного нагрева и распределение температуры по длине нагревателя.

Выводы по обзору

За более чем 150 лет развития нестационарные методы стали точными и надежными инструментами изучения теплофизических свойств веществ, дающих возможность изучать поведение материалов, в том числе и в экстремальных состояниях. Большую роль в этом сыграли импульсные методы нагретой нити, широко используемые и на сегодняшний день. Разработана аппаратура и развиты методы для получения режимов нагрева, наиболее подходящих для решения конкретной тепловой задачи. Так, например, методы с быстрым нагревом одним импульсом применяются для определения критических параметров жидких сред и термической устойчивости твердых и жидких полимеров. Для изучения закономерностей теплопереноса в области неустойчивых состояний используют двухимпульсный метод, который также показал свою эффективность. Однако методы с поддержанием постоянства температуры проволочного нагревателя в нестационарном и неустойчивом состояниях исследуемого вещества сопряжены с рядом технических трудностей. Простота и эффективность применения двухимпульсного метода по принципу «накачка-зондирование» для исследования особенностей

теплообмена в перегретых жидкостях показаны в ряде работ [16–18]. Недостатком известных конструкций двухимпульсного метода были аппаратные ограничения в настройках режимов нагрева, что существенно снижало исследовательские возможности установки.

Оптические методы дают возможность преодолеть ограничение по наличию тепловой инерции в зондовых методах и исследовать сверхбыстрые процессы при фазовых переходах. Одним из наиболее перспективных направлений является применение волоконных зондов. Оптические волокна могут быть применены для доставки лазерного излучения в жидкость, а также как датчики термодинамических параметров среды. Применение волоконных технологий в пузырьковой камере позволяет организовать изучение свойств жидкостей с высокими перегревами и однородным температурным полем. В работе [40] продемонстрирована возможность активации вскипания лазерным импульсом накачки и одновременного отслеживания процесса с помощью зондирующего световода. Данный метод открывает новые возможности для исследования как механизмов активации, так и динамики фазового перехода на границе раздела активирующего световода.

Зарубежными исследователями принцип «накачки-зондирования» широко применяется для определения теплофизических характеристик твердых тел в режиме нестационарного нагрева. Появление установок Паддока и других авторов [41, 43], использующих пико и фемтосекундный нагрев, дали возможность экспериментально изучать недоступные ранее сверхбыстрые тепловые процессы. Стало возможным измерение характерных времен тепловой релаксации электронной подсистемы и электрон-фононного взаимодействия для образцов с высокой проводимостью. Общей особенностью установок является применение габаритной оптической системы и импульсных сверхбыстрых лазеров, для которых требуется сложная система регистрации, что для ряда применений является недостатком. Замена габаритной оптики частично или полностью на волоконные световоды может дать новые возможности для применения принципа «накачка-зондирование» в стесненных условиях экспериментальных ячеек, например, при криогенных температурах.

Постановка задачи

С учетом текущего положения дел в развитии нестационарных методов, в рамках данной диссертационной работы перед автором ставятся следующие задачи.

Разработка нового оборудования для развития существующего метода импульсного нагрева проволочного зонда по принципу «накачка – зондирование» с установкой тока зондирования не хуже (10^{-4}) для обеспечения чувствительности к малым изменениям теплоотдачи (10^{-3}) проволочного зонда к растворам. Время реакции регулятора тока на переключение должна быть не хуже 2 мкс [48, 49].

Разработка нового метода и аппаратуры для исследования динамики фазового перехода по скорости перемещения границы раздела в миниатюрной пузырьковой камере при активации лазерным излучением накачки и измерения отклика через световод с помощью зондирующего излучения.

Разработка нового метода и установки импульсного нагрева поверхности твердых тел с использованием волоконного световода для одновременной подачи излучения накачки и считывания теплового отклика при криогенных температурах.

ГЛАВА 2. РАЗРАБОТКА УСТРОЙСТВА ДЛЯ УПРАВЛЯЕМОГО ДВУХИМПУЛЬСНОГО НАГРЕВА ПРОВОЛОЧНОГО ЗОНДА ПО ПРИНЦИПУ «НАКАЧКА-ЗОНДИРОВАНИЕ»

2.1 Требования к устройству

Опыт разработчиков двухимпульсного метода с постоянным током нагрева, а также компенсационного метода [17], был проанализирован и использован для определения технических требований и конструкции устройства. В методе двухимпульсного нагрева в качестве нагревателя и одновременно измерителя температуры использована тонкая платиновая нить (зонд) толщиной 20 мкм. Длина зонда может меняться в зависимости от объекта и целей измерения. Для повышения чувствительности при измерениях теплоотдачи и уменьшения влияния концевых эффектов целесообразно использовать зонды увеличенной длины. Короткие зонды могут использоваться для относительных измерений, где влияние длины проволоки не столь существенно. Рабочий диапазон температур должен перекрывать предельную температуру перегрева при атмосферном давлении, как для легкокипящих, так и для обладающих высокой термической устойчивостью жидкостей. Запаса мощности должно быть достаточно для быстрого выхода в неустойчивую область вплоть до линии достижимого перегрева таким образом, чтобы обеспечить время для организации зондирования. Для повышения чувствительности измерений должна быть реализована цифровая регулировка амплитуды токов и температуры нагрева с малым шагом. Метод компенсационного нагрева для оценки относительного коэффициента теплоотдачи требует обеспечение повторяемости поддержания токов первого и второго импульса, а также температуры нагрева T_1 (рисунок 1.1).

Выбранные диапазоны параметров:

- длина зонда с диаметром 20 мкм: 3 – 9 мм;
- диапазон температур нагрева 100 – 500 °С;
- ток импульса накачки до 5А;

- ток импульса зондирования до 1 А;
- предельное время зондирования 20 мс;
- время нагрева импульсом накачки от 50 до 500 мкс;
- шаг задания температуры нагрева 0,1 °С – 0,5 °С;
- неопределенность измерения температуры в диапазоне от 100 °С до 300 °С не более ± 1.8 °С;
- шаг амплитуды токов импульсов накачки и зондирования 1 мА.

Процесс измерения должен быть максимально автоматизирован, что позволит увеличить скорость работы экспериментатора и минимизировать возможные ошибки при проведении опытов.

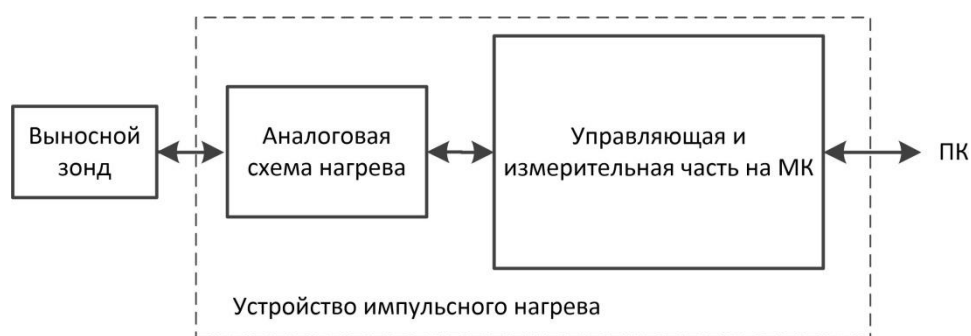


Рисунок 2.1 – Организация измерения с помощью устройства импульсного нагрева.

Предложена следующая структура организации измерения [49, 50] (рисунок 2.1). Аналоговая электрическая схема решает задачу управления скоростными процессами стабилизации тока и преобразованием измерительных сигналов. Аналого-цифровая часть под управлением микроконтроллера (МК) обеспечивает задание и контроль режима нагрева, считывание и сохранение измерительного сигнала. Программное обеспечение (ПО) на персональном компьютере (ПК) организует настройку режимов оператором, вывод диагностики измерения, контроль проведения эксперимента, считывание, предварительную обработку и сохранение измерительного сигнала в базе данных.

2.2 Схема задания тока нагрева

Платиновая нить используется как источник джоулевого нагрева при пропускании по ней электрического тока. Согласно методу двухимпульсного нагрева, устройство должно обеспечивать протекание прямоугольного импульса тока с плоской вершиной [49]. Для метода компенсационного нагрева важно обеспечить малый разброс заданных амплитуд токов в серии периодических нагревов. Существует большое количество схемотехнических решений для стабилизации тока заданной величины в цепи нагревателя. Учитывая выбранные параметры нагрева проволоки, оптимальным решением будет применение линейного регулятора на операционном усилителе с внешним МОП транзистором (рисунок 2.2).

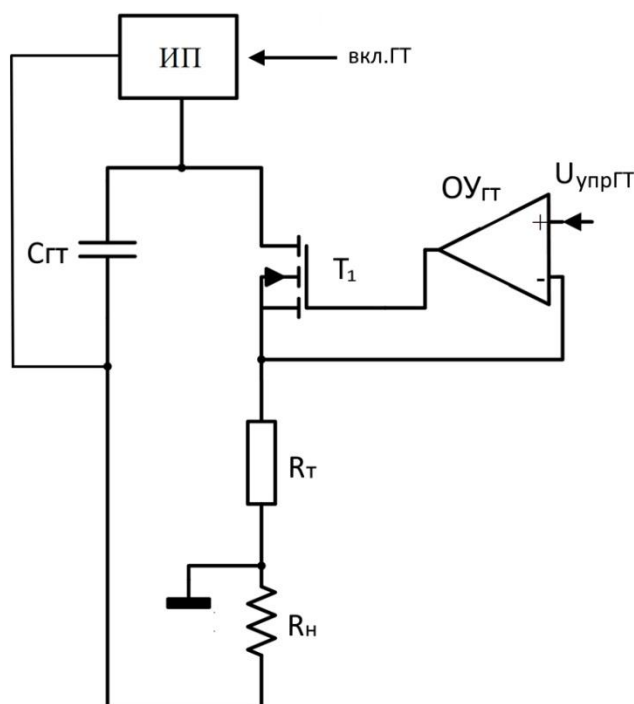


Рисунок 2.2 – Схема линейного регулятора тока нагревателя. R_T – токозадающее сопротивление обратной связи, R_H – термозависимое сопротивление нагревателя.

Схема генератора тока (ГТ) обеспечивает протекание постоянного тока через нагреватель R_H при изменении его электрического сопротивления вследствие нагрева. Схема включает источник питания (ИП), МОП транзистор T_1 , прецизи-

онный ОУ, прецизионный резистор R_T , накопительную емкость $C_{ГТ}$. При подаче на не инвертирующий вход ОУ2 напряжения $U_{упрГТ}$, ОУ2 приоткрывает транзистор T_1 и по цепи R_T , R_z , $C_{ГТ}$ протекает ток, величина которого определяется падением напряжения на резисторе R_T . Вследствие работы отрицательной обратной связи, напряжение на резисторе R_T будет равным $U_{упрГТ}$. Поэтому при изменении сопротивления R_z ток в цепи будет оставаться постоянным и определяется соотношением:

$$I_H = U_{упрГТ} / R_T \quad (2.1)$$

Схемы с линейным регулятором на операционном усилителе (ОУ) являются типовыми в схемах, где требуется низкий уровень шумов. Вследствие кратковременного характера работы, возможно получение высоких мощностей в нагрузке при допустимом уровне тепловыделения на элементах регулятора.

Схема генератора тока получает питание от источника ИП, подключенного к накопительному конденсатору $C_{ГТ}$. В отличие от предыдущих конструкций, обеспечивается полное отключение источника заряда ИП от конденсатора $C_{ГТ}$ на время проведения измерения для снижения уровня шума. На время измерения схема питается от гальванически изолированного «плавающего» источника на конденсаторе $C_{ГТ}$. Такая организация питания позволяет управлять генератором тока относительно точки заземления полумоста R_T , R_H независимо от меняющегося напряжения на R_H , и одновременно измерять падение напряжения на сопротивлениях R_T , R_H относительно той же точки заземления. Большое входное сопротивление и малая емкость измерительных цепей позволяет минимизировать их влияние на величину тока в цепи нагревателя R_H .

2.3 Схема измерения и управления нагревом, структура устройства

Задача схемы управления нагревом состоит в формировании заданного уровня напряжения для генератора тока в соответствии с методом двухимпульсного нагрева. У схемы измерения две задачи. Первая – получить временную зависимость напряжения на токоизмерительном сопротивлении R_T и проволочном

нагревателе R_H в процессе действия зондирующего импульса. Для этого падение напряжений на сопротивлениях масштабируется операционными усилителями ОУ1, ОУ2 и регулируемым усилителем РУ1, затем выходной сигнал записывается в память МК с помощью аналогово-цифрового преобразователя АЦП1. Вторая задача схемы измерения – сформировать логический сигнал переключения тока накачки на уровень тока зондирования. На рисунке 2.3 показана структурная схема устройства с компонентами схемы генератора тока, переключения токов и записи сигналов под управлением МК [49, 50].

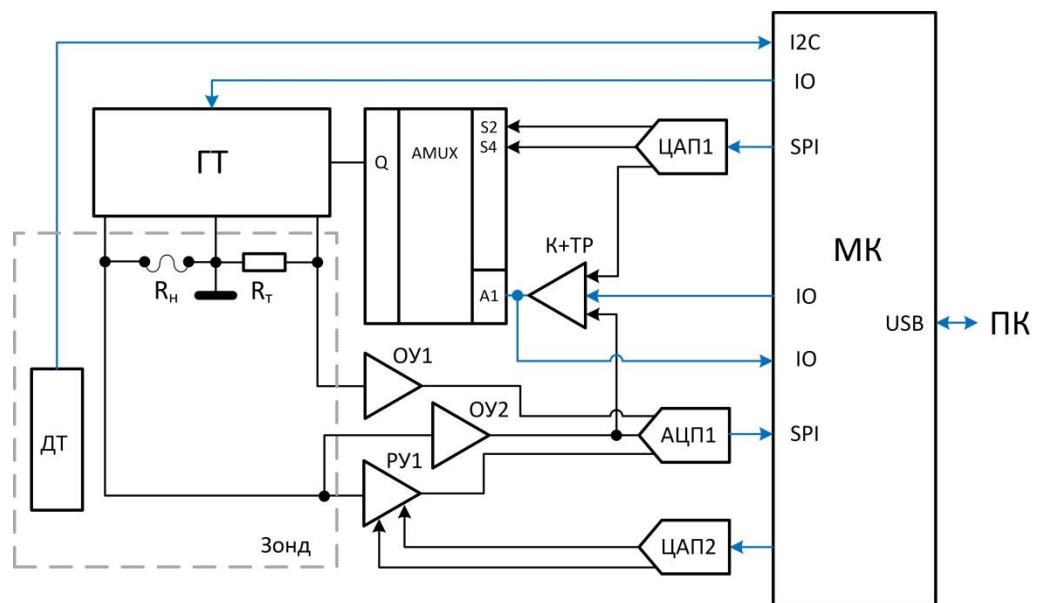


Рисунок 2.3 – Структурная схема устройства импульсного нагрева с зондом, где ОУ – операционный усилитель, ГТ – генератор тока, РУ – регулируемый усилитель, ДТ – датчик температуры, АМУХ – аналоговый мультиплексор, К+ТР – компаратор с триггером, ЦАП – цифро-аналоговый преобразователь, АЦП – аналого-цифровой преобразователь, МК управляющий микроконтроллер, ПК – персональный компьютер, R_H – проволочный нагреватель, R_T – токоизмерительное сопротивление.

Генератор тока обеспечивает протекание через цепь нагревателя постоянно-го тока пропорционально входному напряжению управления $U_{упрГТ}$ (рисунок 2.2). Предварительно подготовленные уровни напряжений $U_{упрГТ}$ для первого и второго импульса поступают на вход аналогового коммутатора АМУХ с выхода ЦАП1.

Переключение импульса накачки на зондирующий ток происходит после достижения нагревателем R_n необходимого сопротивления, в момент равенства напряжения измерительной цепи нагревателя (выход РУ1) и напряжения ЦАП1 канала 3. Результат сравнения выдается блоком компаратора с триггером (К+ТР), в виде логического сигнала управления АМУХ (вход А1), который переключает напряжение управления ГТ с ЦАП1 канала 1 (вход S2) на ЦАП канала 2 (вход S4), что приводит к резкому переходу на пониженный ток зондирующего импульса и запуску фазы измерения.

Чтобы снизить влияние шумов на измерение напряжения нагревателя и обеспечить широкий динамический диапазон, применена схема усилителя с переменным коэффициентом передачи и цифровой компенсацией постоянной составляющей входного напряжения (РУ1). Оптимально подбирая коэффициент передачи и смещение РУ1 под заданные условия опыта, можно сохранять высокое отношение сигнал-шум в широком диапазоне напряжений на проволочном нагревателе. Примененный подход позволяет, не изменяя аппаратной конфигурации, исследовать образцы на существенно отличающихся температурных режимах, а также использовать проволочные нагреватели различной длины. Например, при измерении веществ на малых перегревах будет генерироваться слабый тепловой сигнал, что потребует от схемы большего усиления. Чтобы уменьшить погрешность, вызванную неопределенностью коэффициентов усиления и смещения РУ1, измерительный канал предварительно калибруется.

2.4 Подробности реализации аппаратуры

Генератор тока (ГТ). Компоненты генератора тока выбраны таким образом, чтобы время установления тока при изменениях параметров цепи было существенно меньше характерного времени тепловых процессов на нагревателе в фазе зондирования. Переход на импульс зондирования должен происходить за время не более 2 мкс. В качестве регулирующего ОУ_{ГТ} (рисунок 2.2) выбран AD8661, стабильный при единичном усилении, МОП транзистор – AOD450. В такой кон-

фигурации реакция ГТ на ступенчатое изменение напряжения $U_{\text{упрГТ}}$ составляет менее 2 мкс. Предельный ток установки 5 А при $R_T = 1$ Ом.

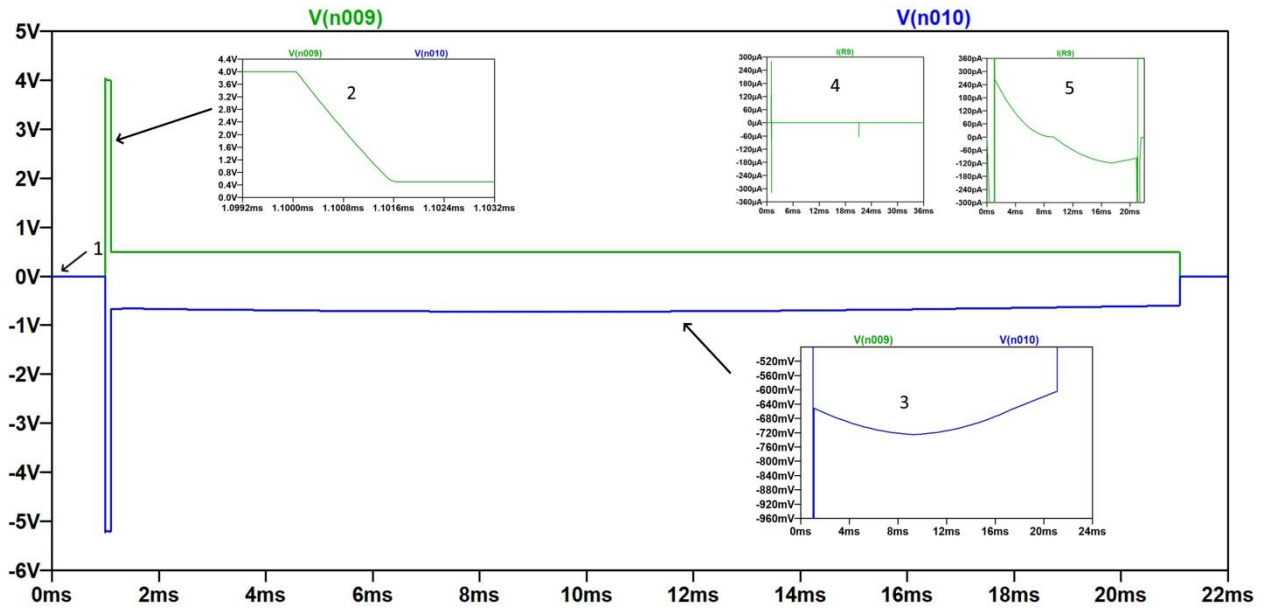


Рисунок 2.4 – Моделирование схемы генератора тока в пакете LTSpice. $R_H = 1.3$ Ом, $R_T = 1$ Ом, $I_1 = 4$ А, $I_2 = 0.5$ А, амплитуда модуляции $R_H = 150$ мОм. 1, 3 – падение напряжения на R_H , 2 – процесс переключения на зондирующий ток, 4, 5 – динамический ток входной емкости T_1 .

На рисунке 2.4 представлена серия графиков для токов и напряжений, полученная в результате моделирования схемы нагрева в пакете LTSpice. Разработчики LTSpice внедрили большую базу активных компонентов с поведением приближенным к поведению реальных компонентов с учетом их заводских допусков и паразитных параметров. В данной работе среда LTSpice была применена для оценки качества работы схемы нагрева в динамическом режиме. На рисунке 2.4 можно видеть переходные процессы при подаче на нагреватель R_H последовательных импульсов тока накачки и зондирования. Зеленая кривая (2) снята с токозадающего резистора R_T , синяя кривая (1) – напряжение на сопротивлении, имитирующем нагреватель R_H . На врезке (2) показан переходный процесс при сбросе тока накачки (4 А) до уровня зондирования (0.5 А), время переходного процесса составляет менее 1,7 мкс. На врезке (3) в укрупненном масштабе показано напряжение на R_H во время действия зондирующего импульса. На величину R_H наложе-

на модуляция формы близкой к форме реального теплового сигнала в эксперименте с амплитудой 150 мОм. Для теплового сигнала характерна слабая амплитуда при достаточно высоком уровне смещения. Моделирование позволяет оценить вклад динамического тока перезарядки затворной емкости регулирующего МОП транзистора. На врезках (4, 5) показаны токи затвора транзистора T_1 во время переключения ГТ (4) и действия измерительного импульса (5). На измерительном интервале размах не превышает 0,4 нА, и находится ниже случайных колебаний тока, вызванных собственным шумовым фоном схемы ГТ. Для снижения до указанного уровня паразитных токов затвора выбран МОП транзистор (AOD450) с достаточно низким значением входной емкости: для AOD450 типовое значение составляет 215 пФ.

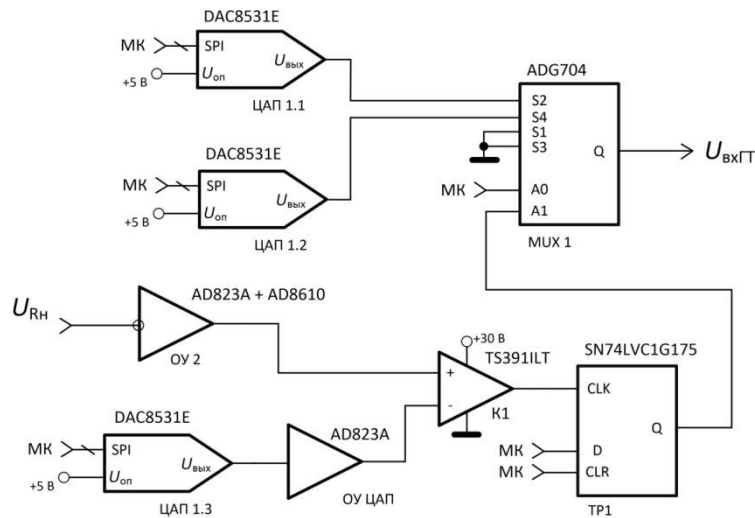


Рисунок 2.5 – Цифро-аналоговая схема переключения токов ГТ при достижении заданной температуры проволочного нагревателя R_H .

Схема управления ГТ (рисунок 2.5) обеспечивает подачу тока накачки и автоматическое переключение на ток зондирования. В схеме ЦАП1 выполнен как три одиночные 16-ти разрядные микросхемы DAC8531E, дающие шаг регулировки тока в 76 мкА при номинале токоизмерительного резистора R_T в 1 Ом. Компаратор (K1) с триггером (TP1) выполнен на микросхемах TS391ILT и SN74LVC1G175, срабатывающих за время менее 50 нс, аналоговый мультиплексор – ADG704 (MUX) с временем переключения менее 30 нс и изоляцией между

каналами -60 дБ. Усилитель ОУ2 инвертирует и масштабирует напряжение нагревателя R_H в соответствии с входным диапазоном компаратора (К1). Температура нагрева на первом импульсе устанавливается с помощью ЦАП 1.3. Загружаемый код в ЦАП 1.3 рассчитывается МК на основании градуировки платинового термосопротивления R_H , необходимой температуры нагрева на импульсе накачки T_1 (рисунок 1.1), установленном токе нагрева (I_1), данных калибровки каналов. Коды для ЦАП 1.1 и ЦАП 1.2 рассчитываются по данным калибровки ГТ на эталонном сопротивлении.

Измерительная схема (рисунок 2.6). В схеме применены АЦП1.3 – 16-ти разрядный АЦП AD7685 с максимальной частотой выборки 250 кГц, усилители ОУ1 – AD8610, ОУ2 – AD823А, которые включены в схему с ограничением полосы пропускания в 5 МГц.

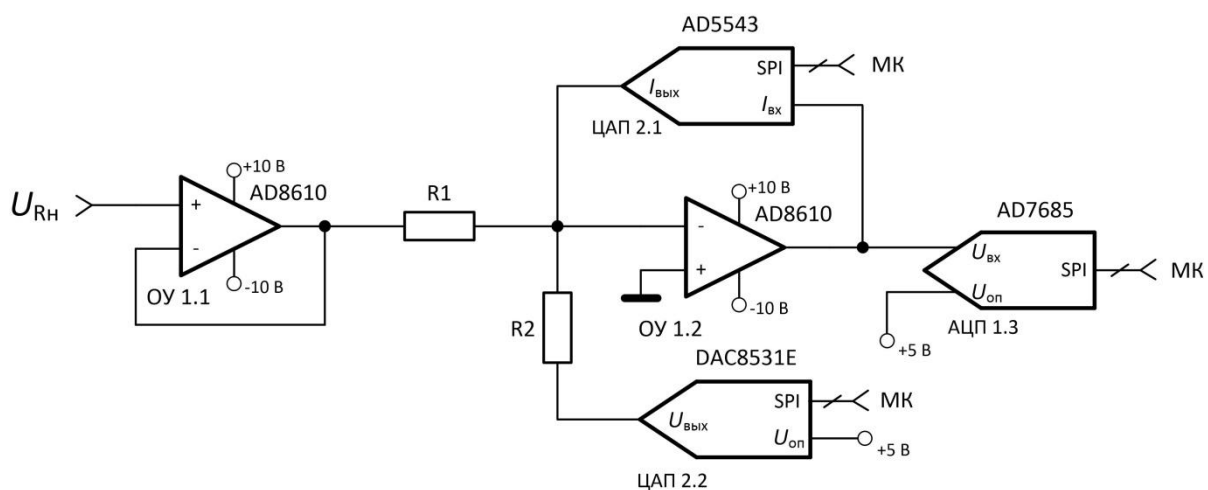


Рисунок 2.6 – Схема измерительного каскада на регулируемом усилителе РУ1.

Регулируемый усилитель РУ1 (рисунок 2.6) построен на базе двух малошумящих ($6\text{нВ}/\sqrt{\text{Гц}}$) ОУ AD8610. Первый ОУ (ОУ 1.1) включен в буферном режиме и выполняет функцию усилителя тока для минимизации влияния входного импеданса измерительной цепи на контур стабилизации тока нагревателя R_H . Вторым ОУ (ОУ 1.2) включен по инвертирующей схеме. В цепи обратной связи ОУ 1.2 установлен 16-ти разрядный ЦАП AD5543 для изменения коэффициента передачи РУ1. ЦАП AD5543 построен по схеме R-2R, что дает возможность регулировать

сопротивление между токовым входом и выходом путем загрузки цифрового кода. Так как ЦАП 2.1 установлен в цепи ОС ОУ 1.2, загрузка цифрового кода приведет и к изменению коэффициента усиления ОУ 1.2. Тогда коэффициент передачи усилителя (без учета цепи смещения):

$$\frac{U_{\text{выхОУ1.2}}}{U_{\text{вхОУ1.2}}} = -\frac{R_{\text{ЦАП2.1}}}{R_1}, \quad (2.2)$$

где $U_{\text{выхОУ1.2}}$ – выходное напряжения усилителя ОУ 1.2, $U_{\text{вхОУ1.2}}$ – входное напряжения усилителя ОУ 1.2, $R_{\text{ЦАП2.1}}$ – эквивалентное сопротивление ЦАП 2.1 между терминалами токового входа ($I_{\text{вх}}$) и выхода ($I_{\text{вых}}$) зависящее от загруженного в ЦАП кода:

$$R_{\text{ЦАП2.1}} = \frac{R_{R2R} * 2^{16}}{D} - 1, \quad (2.3)$$

где R_{R2R} – сопротивление элемента R-2R матрицы, которое для ЦАП AD5543 равно 5 кОм. D – загружаемый по интерфейсу SPI код в диапазоне от 0 - 65535.

В методе двухимпульсного нагрева требуется зафиксировать малое отклонение температуры (от единиц до десятков градусов) на зондирующем импульсе после разогрева проволоки до высоких температур (сотни градусов) на импульсе накачки [49]. Данная особенность метода приводит к необходимости измерений с наличием постоянного смещения с отношением уровня смещения к полезному сигналу >10 . Установка коэффициента усиления для приведения уровня полезного сигнала к диапазону АЦП 1.3 без учета смещения приведет к выходу за пределы диапазона входного напряжения АЦП.

Для управляемого снижения уровня смещения применена схема с регулируемым источником тока в цепи ОС ОУ 1.2 на микросхеме ЦАП 2.2 DAC8531E. Низкоомный буферизированный выход ЦАП 2.2 подключен к инвертирующему входу ОУ 1.2 через токоограничивающее сопротивление R2. В такой схеме ЦАП 2.2 и R2 образуют регулируемый источник тока обратной связи инвертирующего усилителя, что позволяет управлять выходным напряжением ОУ 1.2 с помощью

загрузки кодов в ЦАП 2.2. Таким образом, в коэффициент передачи ОУ 1.2 вводится дополнительное регулируемое смещение нуля усилителя ОУ 1.2:

$$U_{\text{ВыхОУ1.2}} = \left(-\frac{U_{\text{ВхОУ1.2}}}{R_1} + \frac{U_{\text{ВыхЦАП2.2}}}{R_2 + R_{\text{ВыхЦАП2.2}}} \right) * R_{\text{ЦАП2.1}}, \quad (2.4)$$

где $R_{\text{ВыхЦАП2.2}}$ – эквивалентное выходное сопротивление ЦАП 2.2, для DAC8531E составляет 1 Ом. Из уравнения 2.4 можно видеть, что вклад тока компенсации в изменение выходного напряжения усилителя будет зависеть от выбранного сопротивления в цепи ОС при установке выбранного коэффициента усиления (уравнение 2.2). Данная особенность учтена в микропрограмме МК, при установке нового коэффициента усиления автоматически пересчитывается код ЦАП смещения под требуемый измерительный диапазон.

Использование ЦАП в составе РУ1 дает возможность задавать коэффициент передачи $\frac{U_{\text{ВыхОУ1.2}}}{U_{\text{ВхОУ1.2}}}$ в диапазоне от 2 до 50 и компенсировать постоянное входное смещение до 5 В. Аналоговая полоса пропускания РУ1 составляет 1 МГц по уровню -3 дБ.

На рисунке 2.7 показан внешний вид собранного устройства импульсного нагрева в металлическом корпусе.

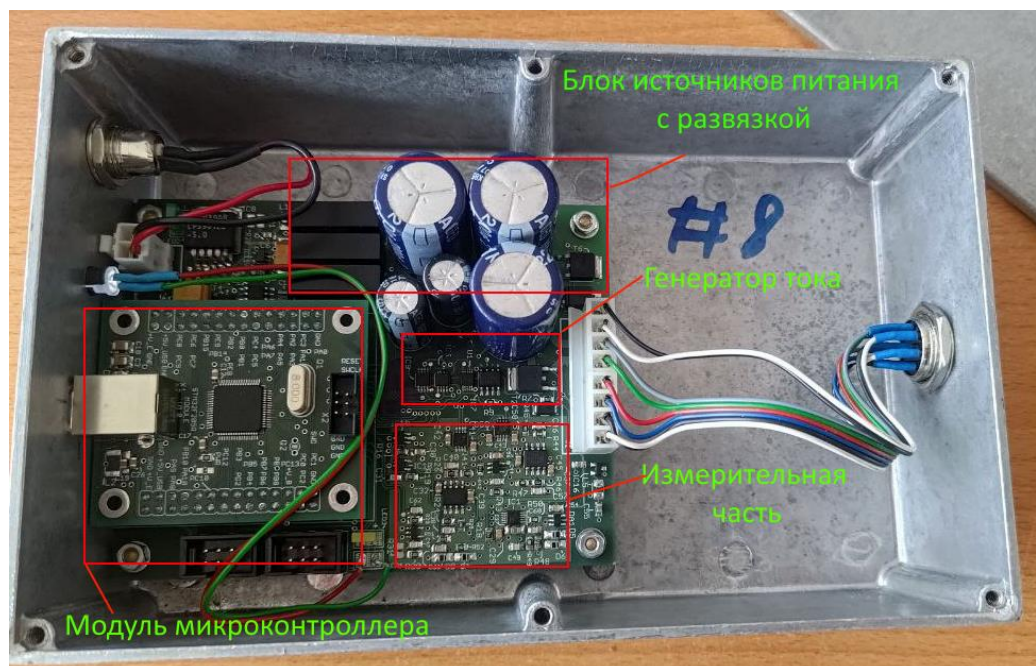


Рисунок 2.7 – Внешний вид устройства импульсного нагрева в корпусе.

Ниже приведен результат эксперимента для демонстрации повторяемости режима двухимпульсного нагрева. На рисунке 2.8 показана серия температурных кривых нагревателя, полученных при проведении серии из 29 опытов, проведенных одинаковых условиях. В серии измерений ход температурных кривых отличается на величину, сравнимую со случайными колебаниями температуры, вызванными шумами измерительного тракта. На врезке можно видеть, что случайный разброс на интервале времени 0,4 – 0,45 мс не превышает 0,3 °С.

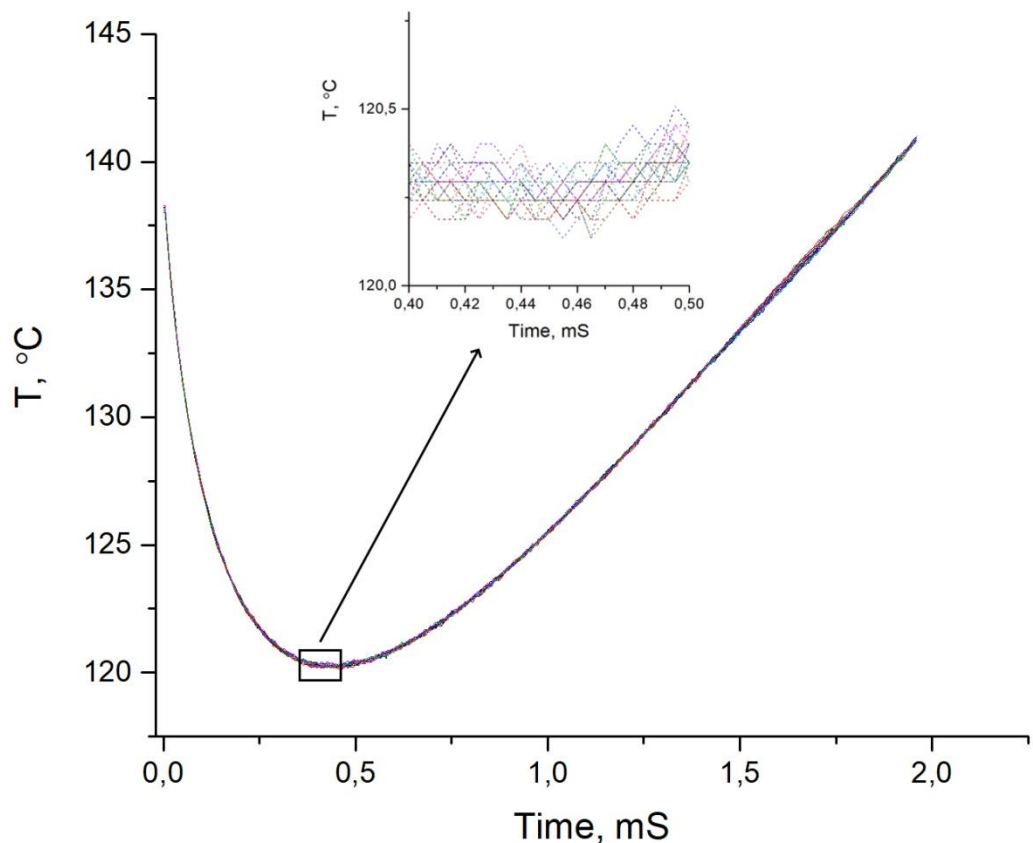


Рисунок 2.8 – Термограмма второго импульса в серии нагревов (29 измерений) с неизменными параметрами опыта для демонстрации повторяемости условий нагрева.

2.5 Программное управление с помощью МК

Включение в состав устройства микроконтроллера с программой управления с жестким реальным временем решает следующие задачи:

- прием от ПК пакета данных с настройками для проведения эксперимента;

- расчет и загрузка в цифро-аналоговые преобразователи значений, соответствующих параметрам эксперимента. Загружаются величины токов импульсов накачки и зондирования, частота преобразования АЦП, температура нагрева, коэффициент передачи и смещения регулируемого усилителя;
- управление запуском и остановом измерения;
- считывание напряжений с помощью АЦП в ходе эксперимента и сохранение во внутреннюю память МК;
- контроль аварийных режимов, выход параметров эксперимента за допустимые пределы;
- зарядка и разрядка накопительных конденсаторов ГТ, подача питания и отключение гальванически развязанного ИП ГТ;
- передача результата измерения в ПК по интерфейсу связи USB.

Микроконтроллер выполняет все низкоуровневые операции по организации режима двухимпульсного нагрева, часть операций выполняется с помощью внутренних аппаратных блоков МК [50]. Так при срабатывании К+ТР (рисунок 2.3) логический сигнал триггера активирует аппаратные блоки таймеров-счётчиков, отвечающих за синхронный прием пакетов по шине SPI и генерации импульса выборки АЦП. Таким образом, реализуется жесткая привязка триггера АЦП к началу процесса зондирования, а также минимизируется временная погрешность дискретизации. Блок-схема алгоритма, реализуемого в микропрограмме МК при проведении измерений, показана на рисунке 2.9. Обмен данными между ПК и устройством ведется по протоколу обмена, где ведущий (ПК) посылает запрос, а ведомый (устройство) формирует ответ. Инициатором обмена всегда выступает ведущий. ПК с определенным периодом (обычно 50 мс) посылает команду запроса текущего состояния, устройство может отправить ответ с одним из трех состояний: «готов к выполнению команды», «занят», «ошибка».

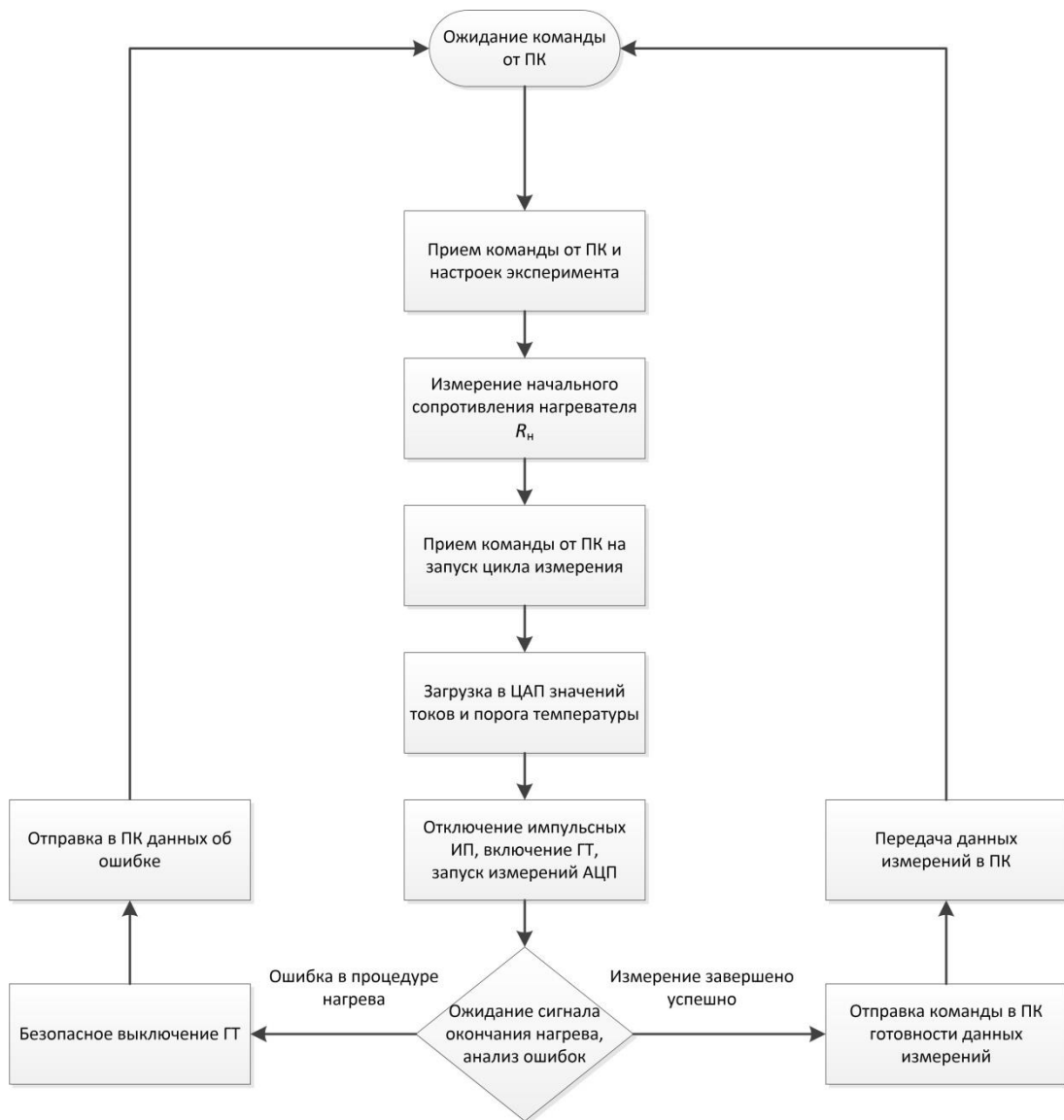


Рисунок 2.9 – Блок-схема алгоритма измерений микропрограммы МК.

За переход между состояниями отвечает программный модуль конечного автомата состояний. Переключения конечного автомата происходят при приеме команд от ПК и зависят от значений внутренних оперативных параметров устройства, расположенных в ОЗУ.

2.6 Программное обеспечение оператора для ПК

Работа с устройством происходит через взаимодействие оператора с интерфейсом специализированной программы для ПК [48, 49]. Программа работает на

операционных системах семейства Windows XP/7/10/11. На рисунке 2.10 показан внешний вид интерфейса оболочки. Программа позволяет в автоматизированном режиме проводить запуск как одиночных, так и периодических измерений с заданной временной задержкой. После каждого цикла измерений результат выводится в окно программы. Первичные данные и результаты обработки могут быть сохранены в файл на диск. На вкладке «график нагрева» в центральной части программы отображаются температурно-временные зависимости на зондирующем импульсе, полученные в ходе проведения серии опытов импульсного нагрева.

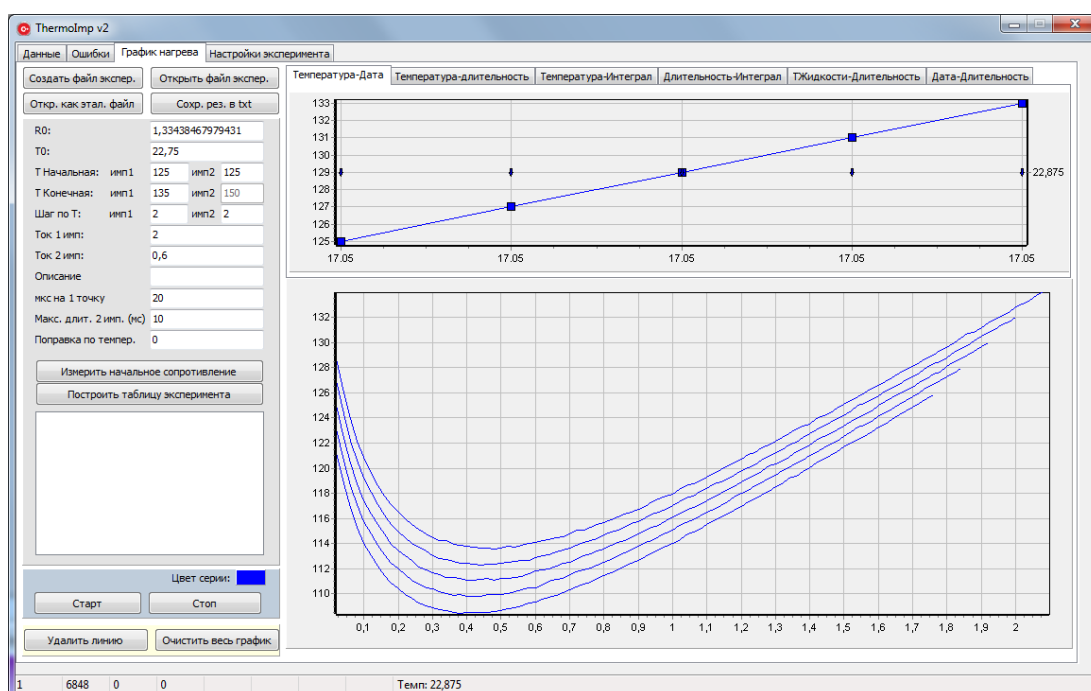


Рисунок 2.10 – Внешний вид интерфейса ПО оператора.

Слева в полях ввода устанавливаются параметры эксперимента: калибровочные данные нагревателя: R_0 и T_0 , значение температуры нагрева для первого и второго импульса, шаг изменения температуры в режиме периодического нагрева, амплитуды токов импульсов в амперах, период выборки АЦП на зондирующем импульсе в микросекундах. На вкладках в верхней части интерфейса выводятся результаты автоматической обработки данных эксперимента, например, график «Температура – длительность» показывает связь между временем достижения нагревателем заданной температуры на зондирующем импульсе и температуры нагрева после запуска периодического режима.

При нажатии на кнопку «Старт» запускается цикл измерений. По интерфейсу связи в МК устройства направляется массив данных настроек эксперимента, следующей поступает команда запуска двухимпульсного нагрева. После отключения тока второго импульса устройство сигнализирует программе о готовности передачи массивов измерения тока и напряжения. Затем запускается поэтапное считывание данных из памяти устройства в ПК. После отправки в ПК завершающего массива данных измерение считается завершенным, и устройство переходит в режим готовности к следующей команде на запуск двухимпульсного нагрева. Следующее измерение в периодическом цикле будет запущено после ожидания заданной в ПО паузы задержки.

2.7 Применение устройства для исследования особенностей теплообмена в жидкостях

Применение устройства для измерения коэффициента относительной теплоотдачи проволочного зонда к жидкостям выполнено совместно с сотрудниками лаборатории высокотемпературных измерений Института теплофизики УрО РАН К.В. Лукьяновым и А.А. Старостиным. В работах [17, 19, 48] подробно освещается экспериментальное исследование особенностей теплообмена в жидких углеводородах с малыми добавками воды. Разработанное устройство успешно применено для реализации компенсационного метода расчета относительного коэффициента теплоотдачи для сухого и обводненного образца, с концентрациями влаги на уровне от 5 до 100 ppm [51, 52].

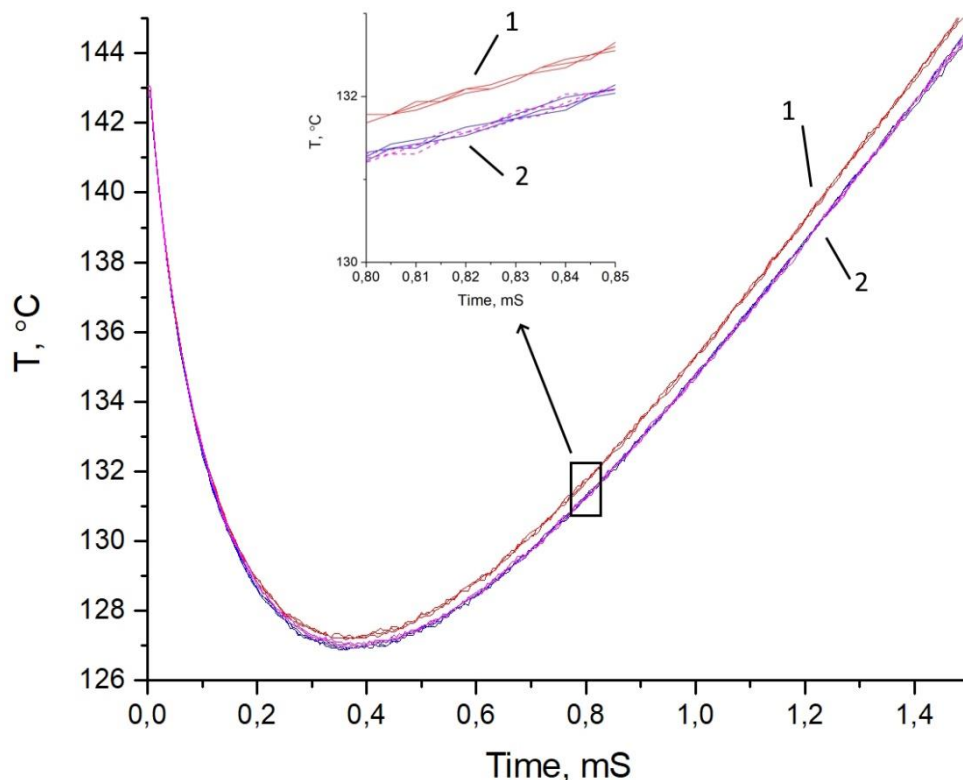


Рисунок 2.11 – Термограммы нагрева зонда с разным током для чистого (1) (этанол) и раствора (2) (этанол + 10% изопропанола) образцов при компенсации температурных различий снижением тока нагрева для раствора (1 – 0,65 А, 2 – 0,646 А).

Компенсационный метод был основан на возможности в ходе эксперимента достичь одинаковых температурно-временных условий на зондирующем импульсе для растворов с разной концентрацией. Для этого от устройства требовалось высокая повторяемость условий нагрева, настройка с малым шагом амплитуды тока второго импульса и температуры нагрева, а также регистрация температурного отклика с высоким разрешением. В работах [19, 49] продемонстрирована высокая чувствительность метода измерений к малым добавкам влаги в углеводороды.

Рисунок 2.11 демонстрирует тепловой эффект при проведении модельного эксперимента – добавки 10 % изопропанола в чистый этанол, также на графике можно видеть принцип компенсации с достижением одинакового хода темпера-

турной кривой для разных образцов. Серия кривых: 1 – три измерения на чистом образце с током 0,650 А. Серия кривых 2 – три измерения с током 0,646 А, раствор. На врезке укрупненно показан участок термограммы вблизи 0,8 мс где можно видеть различие хода температуры в 0,5 °С для чистого образца (1) и раствора (2). Чтобы добиться совпадения температурных кривых для образцов 1 и 2, требовалось снизить ток зондирующего импульса для раствора на 4 мА. На рисунке 2.12 показана рассчитанная зависимость мгновенного относительного коэффициента теплоотдачи чистого образца к раствору. Можно видеть, что отклонение K_C/K_S не превышает 10^{-3} от среднего значения.

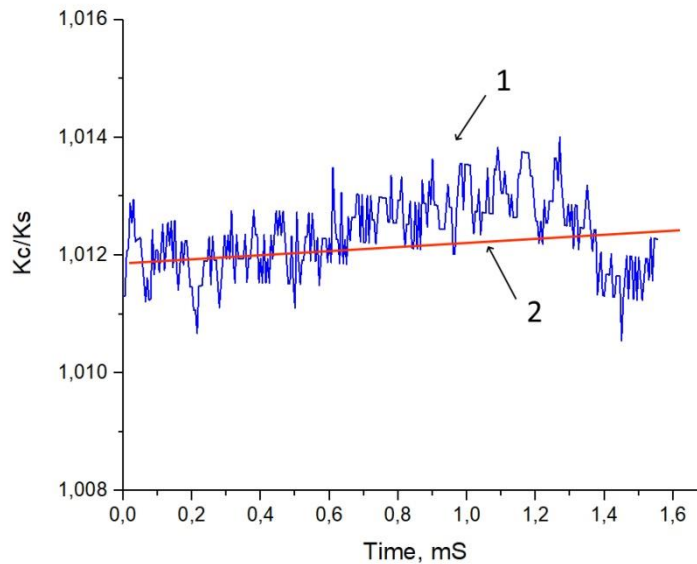


Рисунок 2.12 – Отношение коэффициентов теплоотдачи чистого образца к раствору – 1, линейная аппроксимация – 2.

Для данного эксперимента среднеквадратическое отклонение отношения коэффициентов теплоотдачи составило 0,064% при среднем значении в 1,01236.

В работе [53] проведены обширные исследования теплофизических свойств расслаивающихся растворов в области неустойчивых и не вполне устойчивых состояний. Измерения проводились, в том числе, с помощью разработанного устройства двухимпульсного нагрева. Метод и устройство показали высокую чувствительность к наступлению фазового перехода по механизму жидкость-жидкость. Оценивалась длительность зондирующих импульсов в серии опытов.

Длительность импульса подбиралась для увеличения чувствительности, шаг подбора составлял 0,5 мА. Показано, что длительность зондирующего импульса имеет локальный экстремум при переходе через линию фазового равновесия жидкость-жидкость в условиях монотонного охлаждения образца в объеме криостата. Используя данный подход, были построены линии фазового разделения компонентов растворов, получены верхняя и нижняя критическая температура растворения для ряда смесей. Показана зависимость чувствительности метода от температуры импульсного перегрева. Автор работы [53] отмечает практическую значимость и применимость метода и устройства в качестве экспресс-контроля фазового состояния среды в составе химического оборудования и реакторов для приготовления жидких смесей.

2.8 Неопределенность результатов измерений значений температуры и относительной теплоотдачи проволочного зонда

Измерительная схема устройства импульсного нагрева включает в себя три независимых тракта, каждый из которых содержит блоки линейных усилителей и АЦП. Тракты с масштабируемым усилителем РУ1 и ОУ2 (рис. 2.3) отвечают за измерение падения напряжения на проволочном нагревателе R_H на этапе действия зондирующего импульса и накачки соответственно. Тракт с ОУ1 выполняет функцию измерения напряжения на токоизмерительном сопротивлении R_T . Каждый блок в цепи преобразования сигнала вносит вклад в неопределенность измерения напряжения. Вычисление значений напряжения на измерительном входе можно произвести исходя из выбранных параметров пассивных элементов электрической схемы тракта и характеристик активных компонентов, полученных от производителя микросхем. Дополнив соотношение 2.4 вычислением напряжения на входе АЦП по считанным кодам D_{adc} вычисляется входное напряжение каскада РУ1:

$$U_{RH} = \frac{R_1 * U_{\text{ВыхЦАП2.2}}}{R_2 + R_{\text{ВыхЦАП2.2}}} - \frac{U_{\text{АЦП1.3}} * R_1}{R_{\text{ЦАП2.1}}}, \quad (2.5)$$

где

$$U_{\text{АЦП1.3}} = U_{\text{ВЫХОУ1.2}} = U_{\text{adc_ref}} * \frac{D_{\text{adc}}}{2^{16}}, \quad (2.6)$$

где $U_{\text{adc_ref}}$ – выходное напряжение источника опорного напряжения (ИОН) = 5 В. В последующих расчетах использовались оценки неопределенности компонентов по справочным данным [54–58].

При данном методе расчета основной вклад в неопределенность измерений будут вносить неучтенные систематические погрешности, вызванные отклонением параметров электронных компонентов от номинальных значений. Для оценки суммарной стандартной неопределенности канала РУ1 воспользуемся выражением для некоррелированных величин [59]:

$$u_c(y) = \sqrt{c_1^2 * u^2(x_1) + c_2^2 * u^2(x_2) + \dots + c_m^2 * u^2(x_m)}, \quad (2.7)$$

где c_i – коэффициенты чувствительности, рассчитываемые, как частные производные выходной величины с изменением по каждой из входных величин:

$$c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i} \quad (2.8)$$

При учете заводских допусков компонентов измерительной схемы были рассчитаны следующие основные суммарные стандартные неопределенности по типу В для трех каналов измерения напряжения: РУ1 – $\pm 0,31 \%$, ОУ1 – $\pm 0,14 \%$, ОУ2 – $\pm 0,1 \%$. Данный высокий уровень неопределенности можно значительно уменьшить путем учета фактических параметров измерительных цепей с помощью проведения процедуры калибровки. Для использования данных калибровки измерительные тракты будут рассматриваться как совокупность блоков выполняющих функцию масштабных преобразователей.

Примем допущение о линейном характере передаточной функции независимых блоков: усилителей и аналого-цифровых преобразователей входящих в состав измерительного тракта. В таком случае передаточная функция блока будет описываться уравнением $U_{\text{ВЫХ}} = k * U_{\text{ВХ}} + b$, где, $U_{\text{ВХ}}$ – напряжение на входе, $U_{\text{ВЫХ}}$ – напряжение на выходе блока, k – коэффициент усиления/ослабления сигнала, b – уровень постоянного смещения. На рисунке 2.13 показаны цепи преобразовательных блоков устройства, формирующие измерительные тракты.

Для каждого преобразовательного блока неопределенность измерения будет складываться из неопределенности двух коэффициентов: смещения и усиления/ослабления. Неопределенности коэффициентов k и b для блоков усилителей также могут быть оценены исходя из спецификации микросхемы ОУ и параметров резисторов в цепях обратной связи.

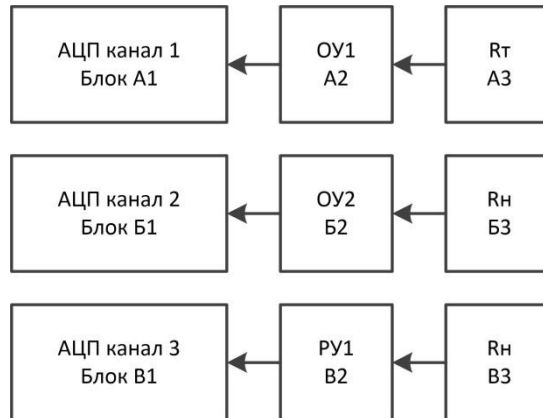


Рисунок 2.13 – Схема измерительного тракта устройства.

Для компенсации основной систематической погрешности был применен метод сквозной калибровки каналов, в котором весь преобразовательный тракт рассматривается как «черный ящик» с линейной передаточной функцией. Коэффициенты линейного уравнения могут быть определены с высокой точностью на прецизионном оборудовании с низкими уровнями собственных шумов. Влияние дополнительных систематических погрешностей вследствие температурного ухода и старения компонентов откалиброванного тракта будет иметь место и может быть выявлено и учтено периодическим проведением процедуры поверки и калибровки.

Для всех трех измерительных трактов проводится автоматизированная процедура предварительной калибровки перед проведением опытов для снижения неопределенности измерений. Для этих целей применялся прецизионный вольтметр Keysight 34470A с базовой относительной погрешностью в $\pm 0,0016\%$, генератор сигналов произвольной формы Agilent 33500B с низким уровнем шума и

разрешением установки выходного напряжения в 1 мкВ. Схема калибровочного стенда показана на рисунке 2.14.

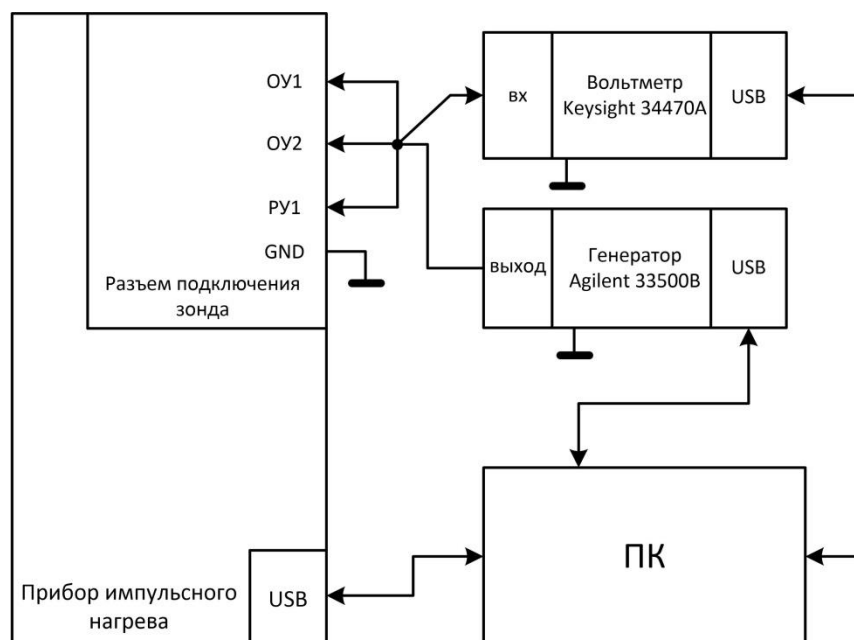


Рисунок 2.14 – Схема калибровочного стенда для проведения автоматизированной калибровки измерительной схемы устройства импульсного нагрева.

Стенд работает под управлением ПК и разработанного ПО. Обмен данными всех приборов с ПК осуществляется через интерфейс USB 2.0. Процедуры передачи команд в генератор и считывание показаний вольтметра используют стандартизованные библиотеки SDK, предоставляемые изготовителем оборудования.

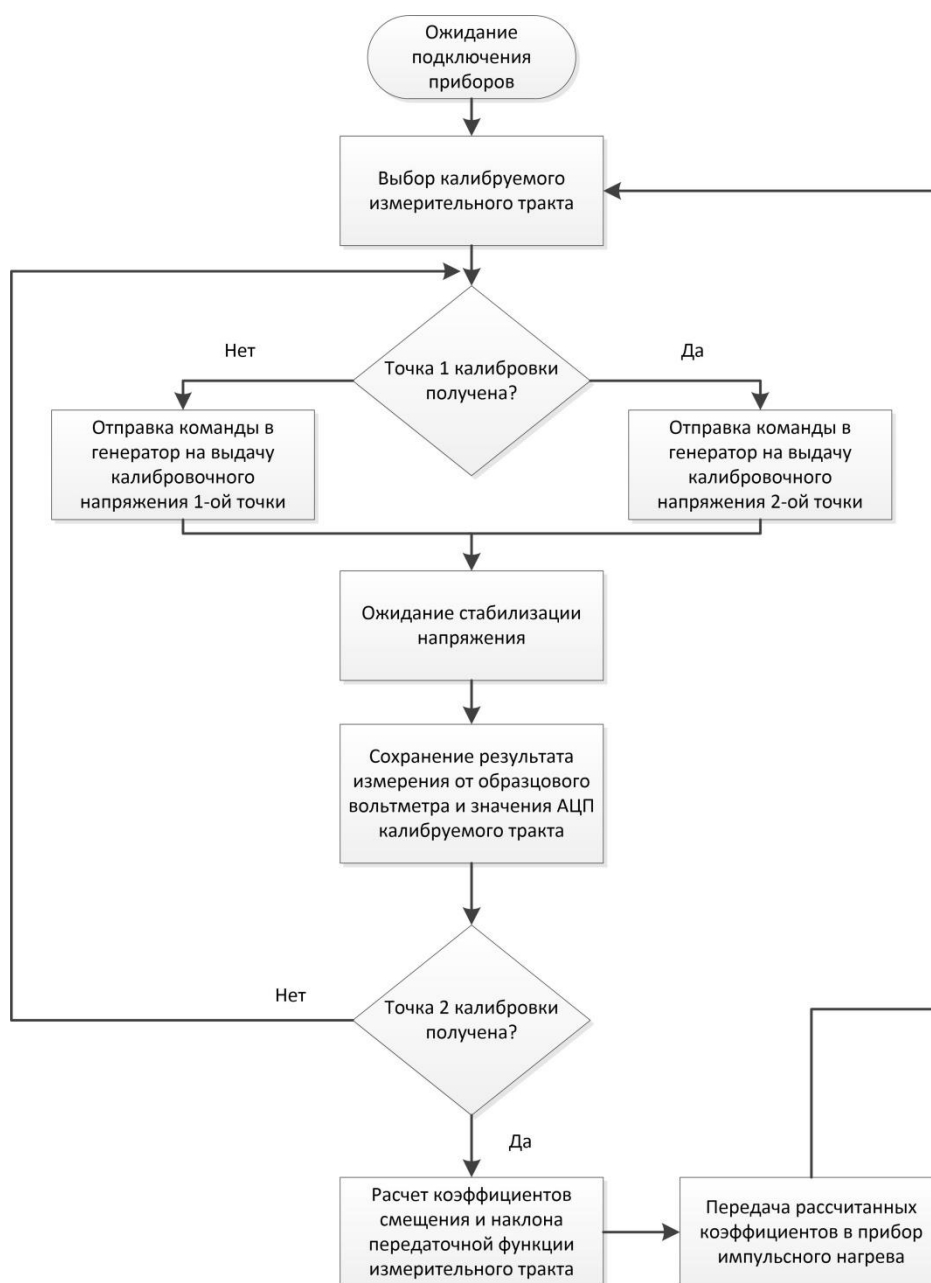


Рисунок 2.15 – Блок-схема алгоритма ПО проведения автоматизированной процедуры калибровки измерительных трактов устройства импульсного нагрева.

Для управления устройством импульсного нагрева проволочного зонда в режиме калибровки используется специальный набор команд в составе разработанного протокола обмена данными с ПК. Протокол обмена позволяет считывать значения АЦП измерительных трактов с заданным усреднением, задавать калибровочные уровни напряжений, организовать прием и запись во внутреннюю па-

мать коэффициентов передаточного уравнения для выбранных измерительных трактов.

Процедура калибровки проводится следующим образом. Приборы подключаются по схеме согласно рисунку 2.14. К разъему устройства импульсного нагрева вместо выносного зонда (рисунок 2.3) подключается кабель, соединяющий измерительные линии с генератором сигналов и образцовым вольтметром. Затем запускается ПО управления калибровкой. Блок-схема алгоритма ПО показана на рисунке 2.15.

После выбора в окне программы необходимого измерительного тракта, генератором производится последовательная выдача двух значений напряжения, в пределах динамического диапазона. После выдачи каждого напряжения и ожидания временной паузы, считываются показания образцового вольтметра и значения АЦП измерительного тракта устройства. Затем рассчитываются коэффициенты линейного уравнения для преобразования кодов АЦП в значения напряжения:

$$U_{\text{вх}_T} = k_T * D_{\text{adc}} + b_T, \quad (2.9)$$

где $U_{\text{вх}_T}$ – напряжение на контактах разъема измерительного входа тракта, D_{adc} – коды АЦП, k_T , b_T – коэффициенты полученные в результате процедуры калибровки.

Коэффициенты k_T , b_T рассчитываются путем решения системы из двух линейных уравнений, используя значения АЦП и показания образцового вольтметра в двух точках. В результате проведенной калибровки в память устройства записываются независимые наборы коэффициентов для каждого измерительного тракта.

В ходе процедуры считывания калибровочных точек, для снижения влияния шумов, измерение проводится в течение 5 секунд с накоплением и усреднением.

Напряжение ЦАП1.1 (рисунок 2.5), поступающее на вход компаратора и определяющее заданную температуру нагрева T_1 , калибруется параллельно основному процессу калибровки измерительных каналов. Для каждого значения эталонного напряжения подбирается значение ЦАП1 (канал 3), при котором соблюдается условие равенства напряжения на входах компаратора. По двум калиб-

ровочным точкам стоит зависимость значения ЦАП от требуемого напряжения переключения.

В результате получения калибровочных зависимостей стало возможным снижение уровня систематической погрешности измерения напряжения и приведения его уровня близким к уровню случайной погрешности, вызванной внешними помехами и собственными шумами схемы.

Неисключенная основная относительная систематическая погрешность после проведения процедуры калибровки была оценена путем сравнения измеренных значений с показаниями образцового вольтметра и составила для: РУ1 – $\pm 0,02\%$, ОУ1 – $\pm 0,023\%$, ОУ2 – $\pm 0,022\%$. Сравнение относительных неопределённостей по типу В до и после калибровки приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Сравнение относительной неопределенности по типу В для измерительных каналов до и после калибровки.

| Измерительный канал | РУ1 | ОУ1 | ОУ2 |
|-----------------------------|--------------|---------------|-----------------|
| u_b , до калибровки, % | $\pm 0,31\%$ | $\pm 0,14\%$ | $\pm 0,1\%$ |
| u_b , после калибровки, % | $\pm 0,02\%$ | $\pm 0,023\%$ | $\pm 0,022\%$. |

При проектировании устройства особое внимание было уделено мерам по снижению уровня собственных шумов схемы и взаимовлиянию компонентов и блоков. Так, для уменьшения уровня помех импульсные преобразователи отключаются на время проведения фазы нагрева, питание обеспечивается емкостными накопителями заряда и линейными регуляторами напряжения и тока.

Неопределенность измерений, вызванных зафиксированным рассеянием полученных значений, была оценена с помощью расчета среднеквадратического отклонения:

$$S(x) = \sqrt{D(x)} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}, \quad (2.10)$$

где $D(x)$ – дисперсия значений x_i , \bar{x} – среднее значение показаний x_i , n – число показаний.

Тогда неопределенность, связанная со случайным рассеянием значений будет определяться:

$$u_A(\bar{x}) = \frac{S(x)}{\sqrt{n}} \quad (2.11)$$

Для измерительных каналов относительная неопределенность измерения напряжения по типу А составила: РУ1 – $\pm 0,01 \%$, ОУ1 – $\pm 0,011 \%$, ОУ2 – $\pm 0,012 \%$. Неопределенность по типу А определения порога переключения компаратором составила $\pm 0,003 \%$.

Измерение абсолютных значений напряжения позволяет перейти к определению для проволочного нагревателя: тока и мощности, среднеинтегральной температуры по градуировке платинового термосопротивления и коэффициента теплоотдачи с учетом погрешностей определения геометрии нагревателя. Методы расчета погрешностей температуры и теплоотдачи проволочного нагревателя были подробно рассмотрены в работах сотрудников Института теплофизики [2, 20, 48]. В данной работе, с учетом неопределенностей измерительных трактов устройства и полученных экспериментальных данных, относительная неопределенность компенсации температурных отклонений и относительная неопределенность измерения среднего относительного коэффициента теплоотдачи оценены величинами $\pm 0,07 \%$ и $\pm 0,1 \%$ соответственно. Относительная неопределенность измерения температуры нагревателя составила $\pm 0,8 \%$.

Выводы по главе 2

Уже на этапе предварительных экспериментов по методу двухимпульсного нагрева его авторами был отмечен высокий потенциал принципа «накачка-зондирование» как инструмента для исследования теплообмена в неустойчивых состояниях жидкости. Основа метода заключается в преодолении линии межфазного равновесия быстрым нагревом на первом импульсе, последующим импульсом зондирования выполняется измерение тепловых эффектов в неравновесной области, в которой время пребывания жидкости ограничено. Подобный принцип применен и в других методах, например в методах постоянной мощности и постоянной температуры. Однако, двухимпульсный нагрев постоянным током отличается простотой реализации и стабильностью режима, так как необходим только один контур обратной связи по току нагревателя. В начальный период исследования малых концентраций воды в углеводородах были замечены тепловые эффекты, проявляющиеся как слабое увеличение теплообмена при нестационарном нагреве проволочного зонда. Для более детального исследования потребовалось повысить чувствительность измерений и обеспечить возможность гибкого управления режимами нагрева. В рамках данной работы решена задача по созданию программируемого устройства, реализующего метод двухимпульсного нагрева проволочного зонда в жидкости регулируемые импульсами постоянного тока, что позволило значительно расширить область его применения. С помощью разработанного устройства впервые получен численный критерий сравнения теплообмена в углеводородных жидкостях с малыми концентраций воды, названный средним относительным коэффициентом теплоотдачи, который не зависит от времени. Результаты измерений расслаивающихся растворов демонстрируют возможность применения устройства для оценки фазового состояния многокомпонентных систем. Авторы исследования [53] отмечают, что метод и устройство позволяют не только отследить фазовый переход, но и «предсказать» его появление за несколько градусов до фактического пролегания линии фазового равновесия. Компактность и автономность, а также гибкое программное управление дают возможность приме-

нения устройства в составе технологического оборудования в химической промышленности.

ГЛАВА 3. ОПТОВОЛОКОННАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ОБРАЗЕЦ ЛАЗЕРНЫМ ИМПУЛЬСНОМ НАКАЧКИ И ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕННОГО ЗОНДИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ

3.1 Построение оптической схемы для одновременной подачи излучения накачки и зондирования по одному волоконному зонду

Коммерческий стимул развития волоконных технологий во многом был связан с перспективами их применения как среды для передачи информации [60]. На сегодняшний день, волоконная оптика – это основа сетевой информационной инфраструктуры во всем мире. С этим связана экономическая доступность и большая номенклатура как типов оптоволокон, так и средств управления излучением. В исследовательских целях, как показано в главе 1, волоконная оптика также нашла применение. Обычно исследователи ограничиваются заменой только части оптической линзовой системы на оптоволокно, в основном это касается подачи излучения накачки [43]. Идея постройки оптической схемы полностью на оптоволоконных компонентах, основывается на использовании световодов как среды передачи с малыми потерями [61] и применении коммерчески доступных волоконных устройств управления излучением. Как известно, для многих традиционных оптических средств разделения, суммирования, фильтрации и т.д. существует волоконных аналог [60, 62].

Для создания оптоволоконной схемы в данной работе использовались технологии спектрального и поляризационного уплотнения [63, 64]. Рисунок 3.1 демонстрирует принцип спектрального уплотнения для одновременной передачи по одному световоду нескольких сигналов на разных длинах волн. Для объединения излучения используют сумматоры-мультиплексоры (С), для выделения сигналов – спектральные делители (СД).



Рисунок 3.1 – Принцип параллельной передачи сигналов с разделением излучения по длине волны.

Еще одна технология, использованная для построения оптической схемы – это совмещение и разделение лучей, имеющих разную поляризацию [64]. В оптической связи эту технологию применяют для разделения лучей встречных направлений, что позволяет получить дополнительный канал передачи данных. Для решения данной задачи используют специализированное устройство – оптоволоконный циркулятор (ОЦ).

Для оптических измерений свойств конденсированных сред по принципу «накачка-зондирование» была разработана оптоволоконная схема, показанная на рисунке 3.2 [65–67].

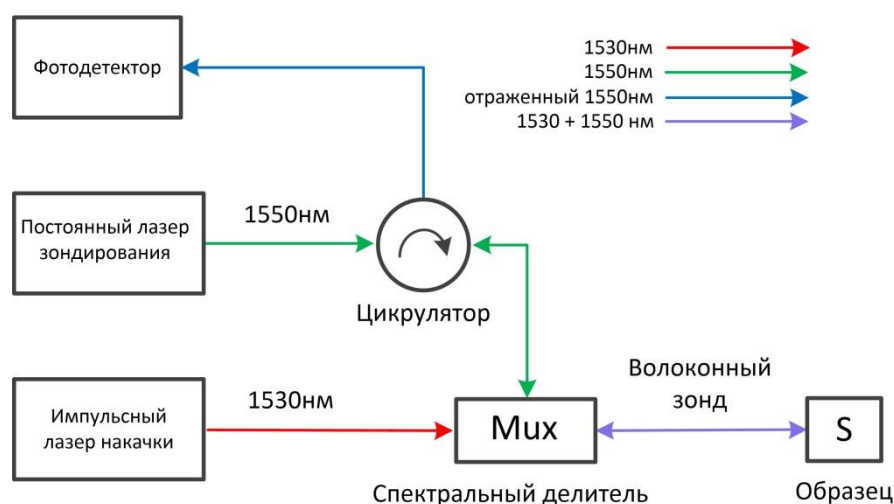


Рисунок 3.2 – Схема со спектральным совмещением излучения накачки и зондирования в оптоволоконном зонде.

В спектральный делитель на входной порт поступает излучение зондирующего лазера с длиной волны 1550 нм, практически без ослабления проходя через циркулятор. Излучение накачки ($\lambda = 1530$ нм) также направляется в спектральный делитель, где происходит объединение лучей в одном световоде. Комбинированный луч на длинах волн накачки и зондирования направляется в волоконный зонд, торец которого взаимодействует с измеряемой средой. Часть комбинированного излучения, направленного в среду, отражается и распространяется в обратном направлении по волоконному зонду в спектральный делитель. Спектральный делитель с высоким качеством фильтрует и направляет лучи с длиной волны 1550 нм обратно в циркулятор. Циркулятор направляет отраженные лучи в порт, подключенный к фотодетектору. Таким образом, разработанная оптическая схема позволяет реализовать в одной установке одновременно мощное импульсное лазерное воздействие на среду и оптоволоконную рефлектометрию отклика среды по принципу «накачка-зондирование».

3.2 Импульсный лазерный источник накачки

Исследование скоростных тепловых процессов по методу накачка-зондирование требует применение источника, способного за короткое время создать возмущение среды, необходимое в данных условиях опыта. Для изучения быстрых процессов поставлена задача генерации импульсов наносекундной длительности с регулируемой интенсивностью излучения. По результатам уже проведенных исследований [40] выбраны параметры импульсов накачки в интервале 1-100 нс при мощности лазерного излучения до 16 Вт.

Для выполнения данных требований была выбрана технология генерации излучения на основе эрбиевого волоконного лазерного усилителя [62]. Принцип работы подобных устройств основывается на увеличении интенсивности слабого оптического сигнала, проходящего через активную среду усилителя. Функцию ак-

тивной среды выполняет специальное оптоволокно определенной длины, легированной ионами эрбия.

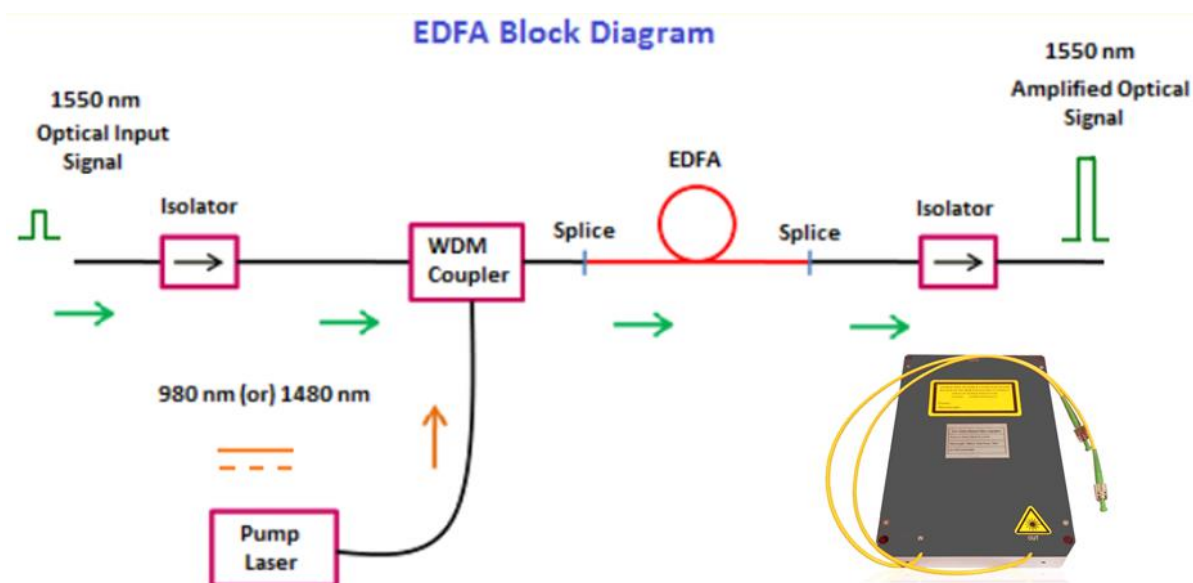


Рисунок 3.3 – Принцип работы лазерного оптоволоконного усилителя.

Для накачки активного волокна обычно применяют один или два лазерных источника с длиной волны 980 нм. Изменять коэффициент передачи оптического усилителя можно с помощью управления током накачки лазерных источников. На рисунке 3.3 показан принцип работы усилителей EDFA. Импульс, сформированный полупроводниковым лазером малой мощности (задающий лазер), подается на входной порт EDFA, проходит через два изолятора, активную среду, усиливается и направляется в выходное оптоволокно. При этом спектральная характеристика и форма импульса практически не деформируются.

На рисунке 3.4 показана функциональная схема разработанного импульсного источника наносекундных импульсов с регулируемой выходной мощностью. Источник состоит из электронного блока управления, внешнего волоконного усилителя EDFA и маломощного задающего лазера. Выходное излучение выводится через одномодовое волокно типа SMF-28 в оптический разъем с низкими обратными отражениями типа FC-APC [65, 68].

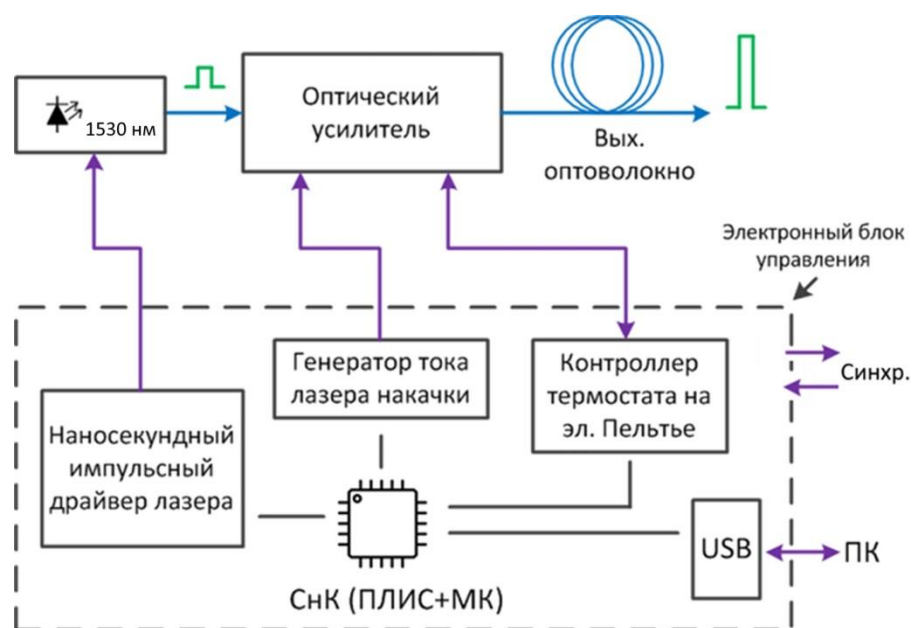


Рисунок 3.4 – Функциональная схема наносекундного источника с регулируемой мощностью и выходом в одномодовое волокно.

На рисунке 3.5 показан внешний вид электронного блока управления в виде несущей печатной платы с установленными модулями.



Рисунок 3.5 – Внешний вид электронного блока управления.

Электронный блок выполняет следующие задачи:

- формирование импульса тока накачки малоомощного задающего лазера с цифровой регулировкой амплитуды и длительности наносекундного разрешения с субнаносекундным фронтом;
- цифровое управление током накачки лазера оптического усилителя, обеспечивающего регулировку уровня амплитуды выходного оптического импульса;
- температурную стабилизацию лазера накачки оптического усилителя с относительной стабильностью поддержания температуры не хуже ± 0.2 °С;
- прием и выдачу сигналов синхронизации уровня ТТЛ для сопряжения с дополнительными устройствами записи и управления, входящими в состав экспериментальной установки;
- цифровой обмен данными с ПК для загрузки и отображения настроек режимов работы блока с использованием программной оболочки для ПК.

Электронный блок (рисунок 3.5) выполнен в виде печатной платы, на которой смонтирована микросхема цифрового управления – «система на кристалле» (СнК) SmartFusion2, вспомогательные модули и USB интерфейс связи с ПК.

Модули реализованы как независимые устройства, устанавливающиеся на плату электронного блока с помощью штыревых разъемов (рисунок 3.5). Модули решают отдельные задачи по управлению током накачки задающего лазера, регулировки выходной оптической мощности и поддержания температуры лазерного диода накачки усилителя на заданном уровне. СнК организует общее управление, связь с модулями и ПК, выдачу и прием синхронизирующих сигналов, а также генерацию наносекундных электрических сигналов регулируемой ширины для модуля драйвера задающего лазера.

Модуль контроллера термостата на элементе Пельтье.

На рисунке 3.6 показана схема модуля для цифрового регулирования температуры с использованием компонентов термостата, встроенных в сборку лазерного диода накачки оптического усилителя. Внутри сборки MD1 лазерный диод установлен на термоэлектрический преобразователь (ТЕС) совместно с резистивным датчиком температуры (NTC резистор). МК STM32F030 используя встроен-

ный АЦП, считывает показания датчика температуры и регулирует ток элемента Пельтье.

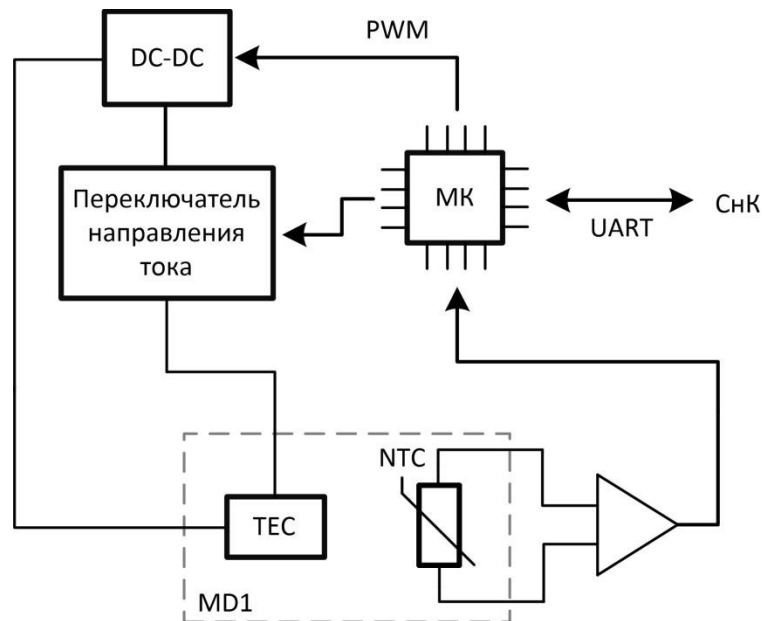


Рисунок 3.6 – Структурная схема модуля контроллера термостата на элементе Пельтье лазера накачки оптического усилителя.

Управление необходимым уровнем и направлением тока через ТЕС проводится выдачей сигналов в микросхему импульсного преобразователя (DC-DC) и мостового переключателя направления тока. Микропрограмма МК реализует цифровую отрицательную обратную связь с ПИД регулятором и контролем предельных режимов по току и температуре. Параметры работы модуля передаются в СпК через асинхронный последовательный интерфейс (UART) и отображаются в ПО на ПК. В данном исполнении модуль позволяет поддерживать температуру лазера, с отклонением не более $\pm 0,2$ °С. Диапазон регулирования температуры: 0..60 °С. Предельный ток ТЕС составляет 2А.

Модуль генератора тока лазерного диода накачки оптического усилителя

На рисунке 3.7. показана схема модуля цифрового задания тока лазерного диода накачки оптического усилителя D_H на основе линейного регулятора на полевом транзисторе. Принцип работы схемы аналогичен схеме, описанной в разделе 2, рисунок 2.2, за исключением режима работы.

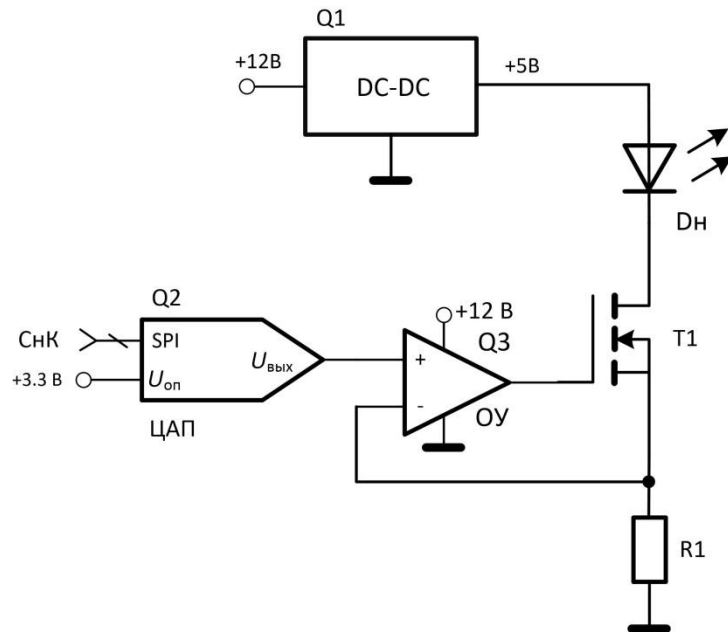


Рисунок 3.7 – Структурная схема модуля генератора тока лазерного диода накачки оптического усилителя.

Модуль (рисунок 3.7) допускает как поддержание постоянного уровня тока, так и работу в импульсном режиме в диапазоне длительностей импульсов 0,1..500 мС. Установка необходимого уровня тока происходит путем передачи в ЦАП цифрового кода подсистемой МК СНК. Схема обеспечивает стабильность поддержания тока не хуже $\pm 0,01\%$, установку тока в диапазоне 20..150 мА с относительной неопределенностью $\pm 0,6\%$.

Определение регулировочной характеристики оптического усилителя

Поддержание температуры диода лазера, и тока накачки на заданном уровне с малыми отклонениями – необходимые условия для обеспечения стабильности регулировочной характеристики оптического усилителя.

На рисунке 3.8 показана зависимость амплитуды оптического импульса от уровня тока накачки лазерного диода оптического усилителя. Для проведения измерения регулировочной характеристики был собран стенд на основе волоконно-оптического аттенюатора 1:10000, широкополосного фотодетектора AVESTA OD-007BFC [69] с полосой пропускания 0 – 3 ГГц, осциллографа Tektronix DPO5104B и измерителя оптической мощности FOD-1204.

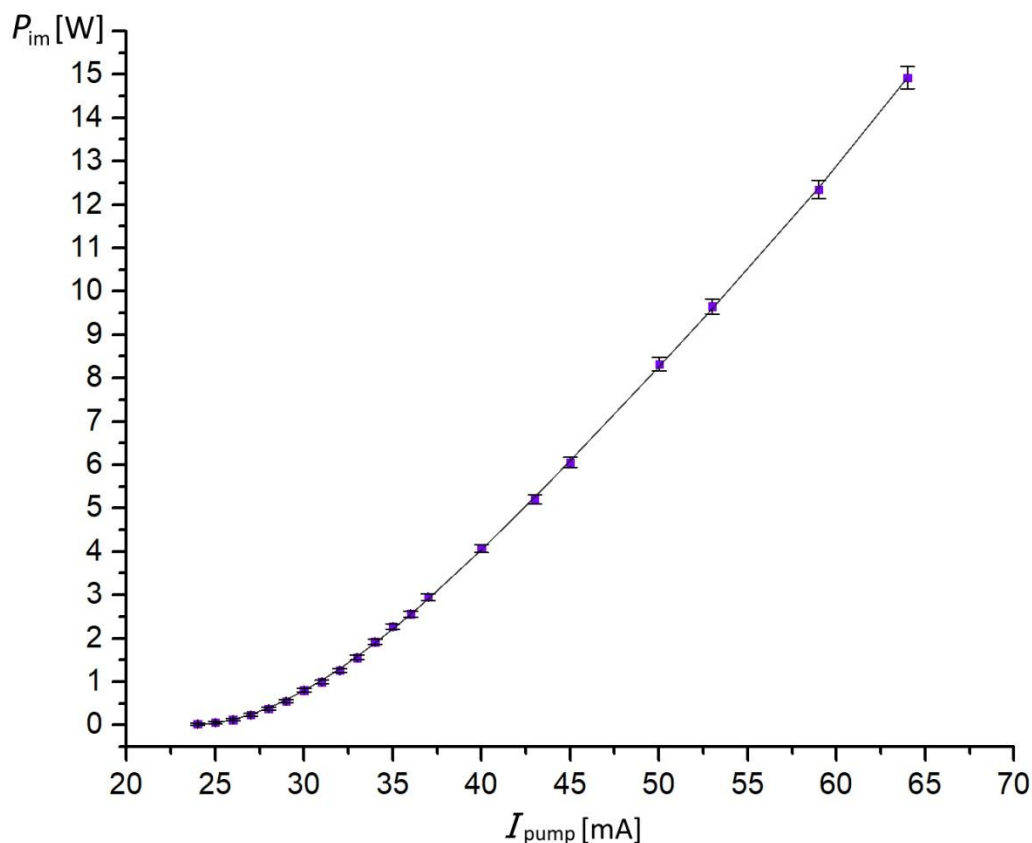


Рисунок 3.8 – Зависимость амплитуды оптического импульса от уровня тока накачки лазерного диода оптического усилителя.

Коэффициент ослабления волоконного аттенюатора и коэффициент преобразования фотодетектора AVESTA OD-007BFC определялись предварительно с помощью измерителя FOD-1204 и маломощного лазерного источника постоянного излучения с длиной волны 1530 нм.

Процедура получения зависимости (рисунок 3.8) проводилась при последовательном увеличении тока накачки с одновременной фиксацией изменения амплитуды импульсов с помощью фотодетектора AVESTA OD-007BFC и осциллографа. На фотодетектор подавался предварительно ослабленный с помощью волоконного аттенюатора сигнал оптического усилителя в импульсно-периодическом режиме генерации с длительностью импульса 5 нс и периодом повторений 10 мс. На рисунке 3.8 можно видеть, что зависимость на уровнях мощности свыше 2 Вт приобретает практически линейный вид. Наличие существен-

ной нелинейности ниже 0,5 Вт позволяет расширить динамический диапазон регулировки в сторону малых амплитуд и работать с импульсами от 50 мВт. Однако для этого потребуется учет фактического характера зависимости в алгоритмах ПО для конкретного экземпляра оптического усилителя. На рисунке 3.8 сплошной линией показана кривая аппроксимации экспериментальных данных полиномом четвертой степени, которая используется для пересчета заданной величины амплитуды импульса в ток накачки.

Модуль наносекундного импульсного драйвера задающего лазера

На рисунке 3.9 показана структурная схема модуля на основе быстродействующих драйверов GaN транзисторов LMG1020 [70] (Q3, Q5), GaN транзисторов EPC2019 [71, 72] (T1, T2), LVDS приемников (Q2, Q4) для создания в задающем маломощном лазерном диоде D1 импульсов наносекундной длительности со временем фронта/спада менее 0,3 нс. Модуль цифровой регулировки напряжения накачки задающего лазера заряжает составную емкость C1 до выбранного уровня в диапазоне от 5 до 19 В с ограничением тока заряда резистором R1. Подача импульсного тока в лазер D1 обеспечивается комбинацией сигналов на дифференциальных входах микросхем Q2, Q4 формируемых подсистемой ПЛИС СнК SmartFusion2.

В исходном состоянии транзисторы T1, T2 заперты, драйверы Q3, Q5 выдают сигнал уровня логического нуля. Подача тока накачки запускается, когда на вход K1 микросхемы Q4 поступает сигнал логической единицы. Затем открывается транзистор T1 и в цепи диода D1 протекает ток, ограниченный сопротивлениями R3, R2 и напряжением выхода M1.

Для того чтобы обеспечить выключение тока накачки с минимальным переходным временем применена цепь на элементах Q2, Q3, T2. В заданное время, соответствующего выбранной длительности оптического импульса, СнК направляет сигнал логической единицы в K1 Q2 для включения транзистора T2.

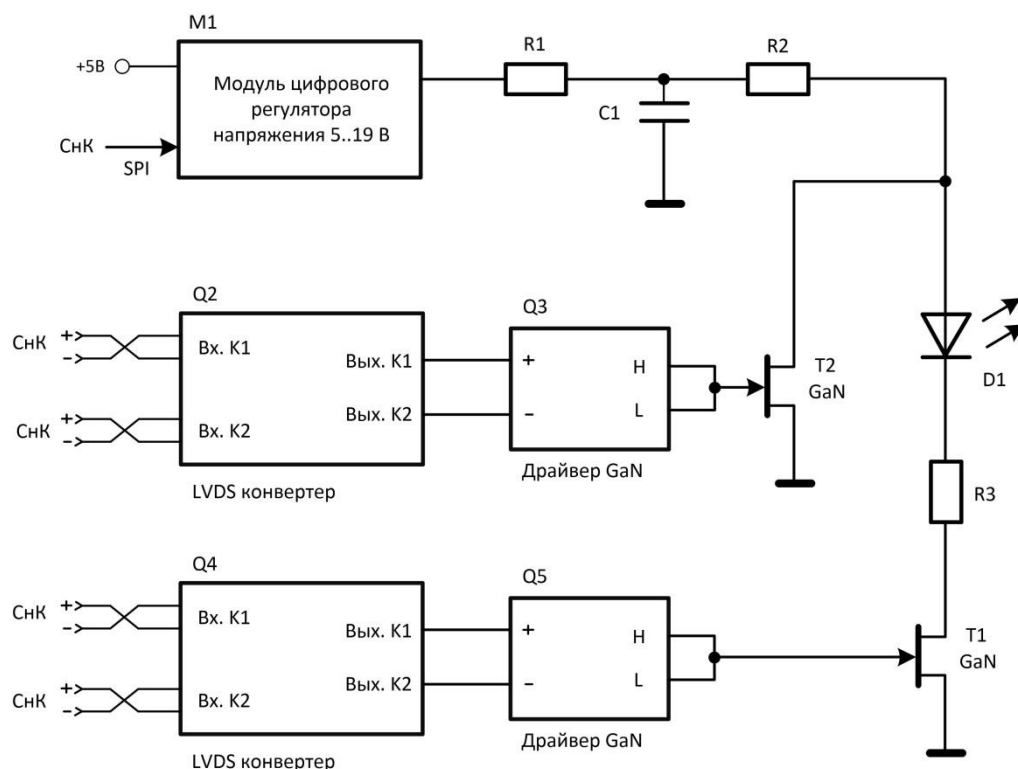


Рисунок 3.9 – Структурная схема наносекундного импульсного драйвера задающего лазера.

После включения T2 напряжение на аноде лазера D1 снижается ниже порога генерации, формируя резкий спад уровня излучения. Резистор R2 необходим для ограничения импульсного тока через транзистор T2, номинал R2 подобран таким образом, чтобы с одной стороны обеспечить наиболее быструю зарядку сток-истоковой емкости T2, вместе с тем, не превысить пиковый ток T2 и обеспечить надежное выключение D1.

Рисунок 3.10 демонстрирует процесс включения задающего лазера. На рисунке показан снимок экрана осциллографа Tektronix DPO5104B в режиме автоматических измерений скорости нарастания переходной характеристики. Снизу изображения в таблице можно видеть усредненную измеренную длительность фронта сигнала в 251,3 пс при изменении амплитуды от 10 до 90%. Луч осциллографа демонстрирует оптический сигнал задающего лазера, полученный с помощью широкополосного фотодетектора AVESTA OD-007BFC.

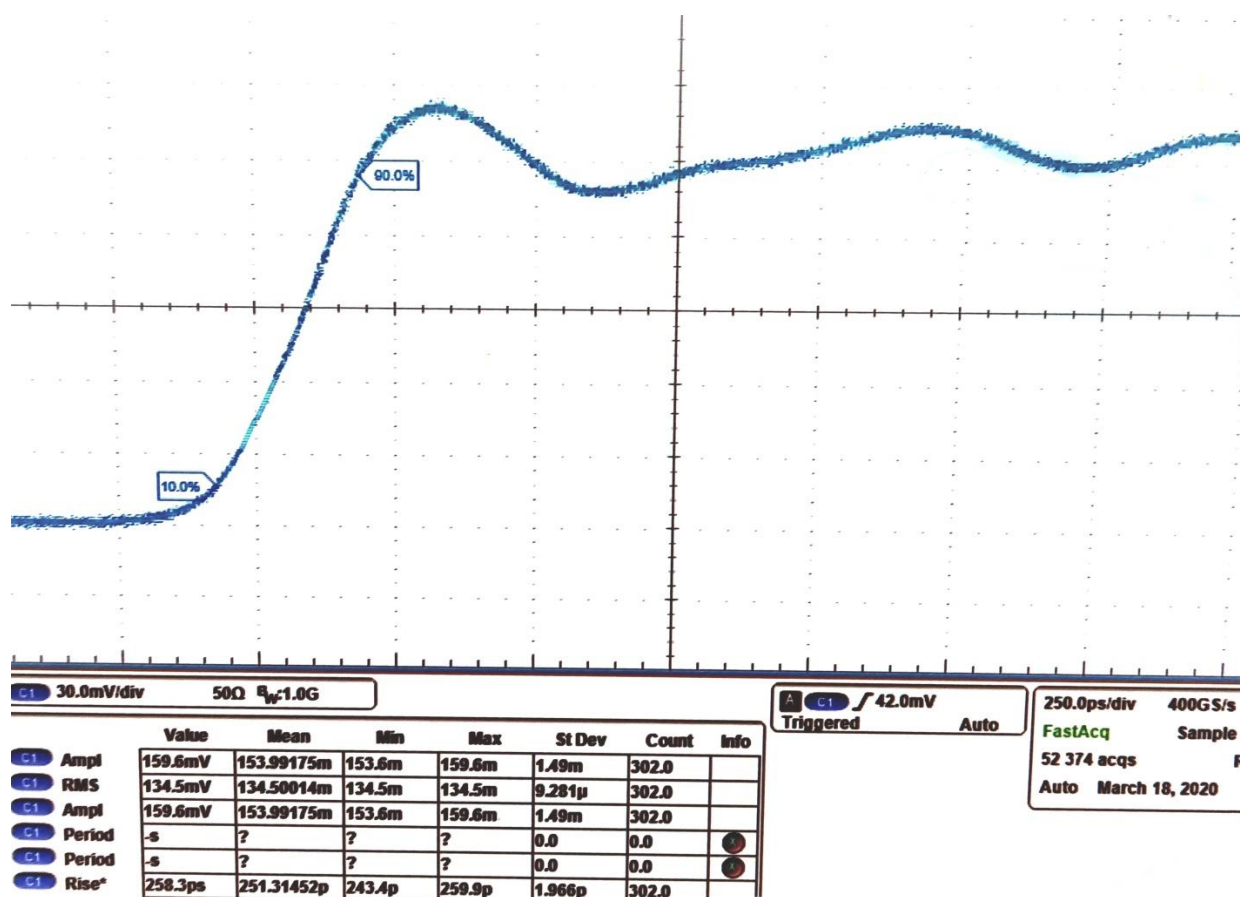


Рисунок 3.10 – Изменение уровня выходной оптической мощности в процессе включения задающего лазера.

Генерации импульсов с помощью подсистемы ПЛИС СнК.

Генерация периодических сигналов на частотах, близких к 1 ГГц и выше, обычно решается с применением специализированных радиотехнических средств – синтезаторов частот, систем с фазовой подстройкой частоты и т.д. Для одиночных импульсов применяют схемы на дискретной логике и аналоговые схемы с емкостными задержками. Недостатками таких схем являются сложности регулирования параметров импульса, а иногда и низкая стабильность сигнала. Для решения подобных задач очень хорошо подходит современная цифровая программируемая логика (ПЛИС). Однако даже на сегодняшний день микросхемы ПЛИС, в которых логическая схема работает на частотах 1 ГГц и выше обладают высокой стоимостью и относительно низкой доступностью. Оптимальное решение было получено в ходе анализа возможностей, которые дают специализированные

микросхемы с развитой цифровой периферией. Система на кристалле SmartFusion2 фирмы Microchip в одной микросхеме объединяет блоки программируемой логики (ПЛИС), микроконтроллера (МК), различные виды запоминающих устройств (ЗУ), а также некоторое количество блоков цифровой периферии [73, 74].

Подсистема ПЛИС и генератор частоты с фазовым смещением в составе микросхемы СнК были использованы для построения цифрового генератора прямоугольных импульсов с настройкой периода и длительности. Принцип генерации импульсов показан на рисунке 3.11. Кварцевый генератор «Г» подает сигнал частотой 20 МГц на блок фазовой автоподстройки частоты (ФАПЧ) «PLL». ФАПЧ генерирует 4 синхронных периодических сигнала с частотой 250 МГц и смещением фазы в 0, 90, 180 и 270 градусов. Такое смещение фазы дает относительное запаздывание фронтов соседних по фазе сигналов в 1 нс. Частоты ФАПЧ поступают в блоки счетчиков-задержек «CNT», в которых фронт выходного сигнала запаздывает на целое число периодов относительно сигнала запуска счета.

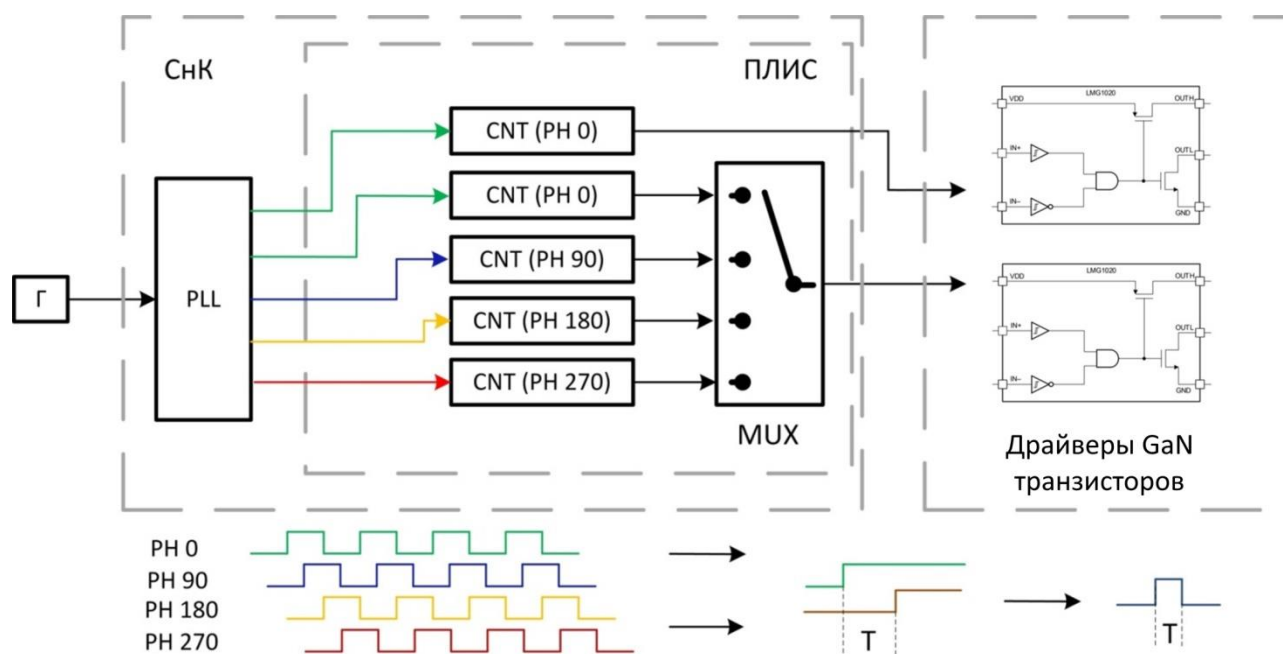


Рисунок 3.11 – Принцип генерации импульсов с помощью подсистемы ПЛИС СнК.

В зависимости от значений, загруженных в счетчики, задержка между фронтами выходных сигналов блоков CNT относительно друг друга будет:

$$T_{d0-90} = N_{CNT} * 4 + (1 \text{ нс}), T_{d0-180} = N_{CNT} * 4 + (2 \text{ нс}), \quad (3.1)$$

где $T_{d0-270} = N_{CNT} * 4 + (3 \text{ нс})$, T_d – задержка фронтов выходного сигнала блоков CNT для разных фаз, N – значения в регистре счетчика $0..2^{14}$. Данный принцип формирования задержки покрывает весь диапазон целых чисел установки длительности от 1 до 2^{14} , что соответствует временам от 1 нс до 16,383 мкс. В соответствии с необходимым значением длительности выходного импульса выбираются счетчики с нужным соотношением фаз и значением N . Выбор сигналов происходит с помощью блока мультиплексора «MUX». В результате выбор длительности определяется соотношением:

$$T_{\text{имп}} = \frac{1}{f_{clk}} * N + a \quad (3.2)$$

где $f_{clk} = 250 \text{ МГц}$, $N = 0..2^{14}$, $a = 0..3$ в зависимости от положения мультиплексора. Сигналы задержек из блоков MUX и CNT РНО направляются в модуль наносекундного импульсного драйвера задающего лазера (рисунок 3.9).

Режимы следования импульсов: одиночный, периодический, внешний, реализуются блоком синхронизации, имеющим собственные регистры настроек. Синхронизация возможна от внешнего источника, для этого на плате предусмотрен соответствующий цифровой вход. При генерации внутренней частоты синхронизации возможна выдача сигнала в соответствии со стандартом ТТЛ 5В. Выходной сигнал синхронизации можно смещать по фазе относительно импульса лазера. Блоки синхронизации и генерации импульса задающего лазера подключены по внутрисистемной шине СнК к блоку микроконтроллера для организации программного задания режимов.

Программа микроконтроллера преобразует данные установки временных интервалов в абсолютных величинах (время и частота) в числовые значения регистров (см. формулы 3.1, 3.2). В функции программы МК входит взаимодействие с программой для ПК, в которой можно настроить режимы генерации оптического

импульса и сигналов синхронизации, токи накачки лазерного усилителя и задающего лазера, а также настройки для модуля управления термостатом.

Основные характеристики разработанного устройства:

- задание амплитуды выходного оптического сигнала: **50 мВт – 16 Вт $\pm 1,5\%$** ;
- задание ширины импульса: **1 нс – 13 мкс** с шагом **1 нс**;
- длительность фронта и спада оптического импульса: **не более 300 пс**;
- нестабильность источника опорной частоты: **не хуже 10^{-5}** ;
- три вида синхронизации: **внешняя, одиночная, внутренняя**;
- периодическая выдача импульсов с использованием внутренней синхронизации: **50 мкс – 100 мс** с шагом **1 мкс**;
- сдвиг фазы выходного сигнала синхронизации в интервале **0 – 13 мкс** с шагом **1 нс**.

3.3 Широкополосный фотодетектор с компенсацией постоянной составляющей оптического сигнала

На текущем уровне развития электроники стали коммерчески доступны средства для детектирования оптических сигналов на высоких частотах до 1 ГГц и выше. Однако опто-электрические преобразователи, в том числе оптоволоконные, обладающие высокой чувствительностью и имеющие полосу пропускания выше 10 МГц мало распространены.

Для исследования скоростных процессов фазовых переходов в жидкости и релаксации температурного поля в твердых образцах требуется фотодетектор повышенной чувствительности (не менее 50 мВ/мкВт), дающий отклик в диапазоне частот от постоянного излучения до 100 МГц.

Специфика детектирования оптического сигнала в схеме оптоволоконного рефлектометра (рисунок 3.2) заключается в присутствии некоторого постоянного уровня оптического сигнала, поступающего в фотодетектор. Постоянный оптический сигнал отражения формируется, благодаря разнице в показателях преломле-

ния исследуемой среды и кварцевого волокна, и в некоторых случаях может значительно превышать величину полезного сигнала [65, 67, 68, 75]. Учитывая специфику измерений, был разработан специализированный фотодетектор, имеющий высокую чувствительность в широкой полосе пропускания с функцией компенсации постоянного оптического смещения. Функциональная схема фотодетектора показана на рисунке 3.12.

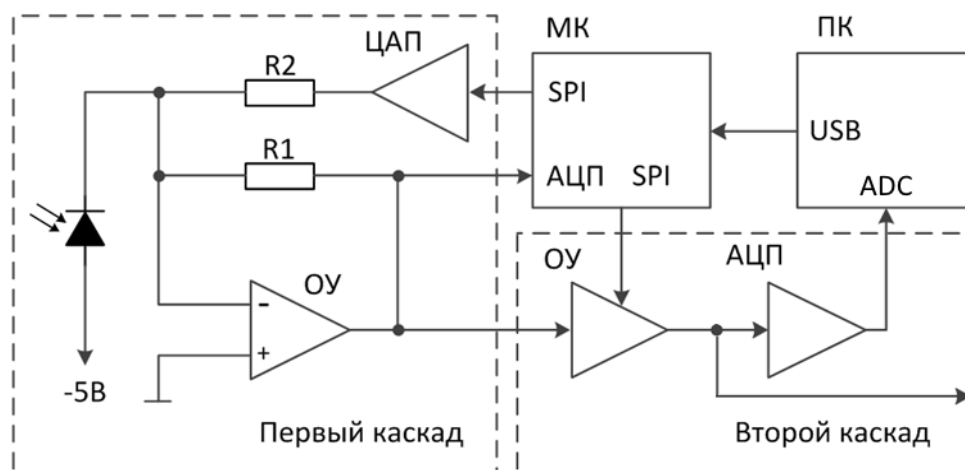


Рисунок 3.12 – Функциональная схема фотодетектора с компенсацией постоянной составляющей оптического сигнала.

Фотодиод, чувствительный к длине волны зондирующего излучения (1550 нм), включен в обратную связь операционного усилителя по инвертирующей схеме. Ток фотодиода, возникающий при его облучении, компенсируется обратной связью операционного усилителя путем повышения напряжения на сопротивлении R_1 . ОУ следующего каскада увеличивает напряжение и подает на аналого-цифровой преобразователь или осциллограф. Если уровень постоянной засветки приводит к насыщению усилителя второго каскада, включается цепь компенсации на микроконтроллере с внешним цифро-аналоговым преобразователем. Цепь компенсации работает следующим образом. МК с помощью ЦАП плавно повышает напряжение на его выходе, одновременно отслеживая напряжение на первом каскаде усиления с помощью встроенного в МК АЦП. Увеличение напряжения на резисторе R_2 приводит к появлению дополнительной ветки протекания

тока совместно с цепью обратной связи ОУ первого каскада. Увеличение тока через резистор R_2 приводит к уменьшению тока в цепи обратной связи и снижению выходного напряжения усилителей первого и второго каскада. Таким образом, изменяя напряжение на выходе ЦАП можно регулировать ток обратной связи, компенсируя токи утечки через фотодиод при некотором уровне его постоянной засветки. Нужно отметить, что дополнительная цепь в обратной связи не влияет на частотные характеристики ОУ первого каскада, однако подключение дополнительного источника тока влечет незначительное увеличение уровня собственных шумов в схеме. Управление процессом компенсации происходит с помощью программного обеспечения для ПК. Программа позволяет устанавливать величину тока компенсации вручную, а также дает возможность выбрать автоматический режим, в котором МК самостоятельно подберет нужный ток для выведения выходного напряжения ОУ второго каскада в середину рабочей характеристики.

Основные характеристики разработанного устройства:

- аналоговая полоса пропускания **100 МГц (-3 Дб)**;
- порог чувствительности **200 нВт**;
- динамический диапазон до **10 мкВт**;
- компенсируемый уровень излучения до **1 мВт**;
- фотодиод InGaAs, чувствительный в спектральном диапазоне **1200 – 1700 нм**.

Выводы по главе 3

Массовое применение световодной техники в сфере высокоскоростной передачи информации привело к созданию разнообразной номенклатуры доступных средств управления излучением. Однако использование оптоволокон в составе экспериментальных установок носило ограниченный характер. В представленной работе показано, что световоды и устройства на их основе могут быть успешно применены как для доставки излучения до объекта исследования, так и для передачи оптического сигнала-отклика в измерительную аппаратуру. Разработанная схема с объединением излучения накачки и зондирования в один волоконный

зонд позволяет получить одновременно инструмент воздействия и датчик, с помощью которого можно отслеживать возмущения параметров среды после воздействия с временной синхронизацией высокого разрешения. Для изучения скоростных процессов фазового перехода в пузырьковой камере, был разработан источник коротких импульсов наносекундной длительности с характеристиками достаточными для преодоления порога активации вскипания перегретой жидкости в широком диапазоне температур перегрева. Для регистрации сигналов отражения оптоволоконного рефлектометра был разработан специализированный фотодетектор, учитывающий специфику формирования сигнала в оптической схеме. Вместе с тем, фотодетектор обладает высокой чувствительностью и малым временем отклика. Описанные в данном разделе оптическая схема и электронные устройства, вместе образуют оптоволоконную систему для воздействия на образец импульсном накачке и измерения интенсивности отраженного зондирующего излучения. На основе данной системы построены две экспериментальные установки для исследования твердых и жидких сред по принципу «накачка-зондирование».

ГЛАВА 4. АКТИВАЦИЯ ВСКИПАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКОРОСТИ ПЕРЕХОДНЫХ ПРОЦЕССОВ НА ТОРЦЕ СВЕТОВОДА В ПЕРЕГРЕТОЙ ЖИДКОСТИ ПО ПРИНЦИПУ «НАКАЧКА- ЗОНДИРОВАНИЕ»

Вскипание перегретой (относительно линии равновесия жидкость-пар) жидкости может быть инициировано быстрым локальным нагревом, локальным механическим ударом, ультразвуком или мощным импульсным электромагнитным полем [76–78]. Условия для реализации всех вышеперечисленных факторов могут быть созданы с помощью концентрированного во времени и пространстве лазерного излучения [79]. Для активации вскипания *n*-пентана, равномерно перегретого в миниатюрной пузырьковой камере, внешнее воздействие может осуществляться низкоэнергетическими лазерными импульсами, создаваемыми на конце световода с диаметром сердцевины 10 мкм [68]. Такие импульсы имеют длину волны 1530 нм и длительность от 1 до 100 нс. Принудительное вскипание *n*-пентана может быть получено в широком диапазоне перегретых состояний, а именно при степени перегрева от 45 до 105 градусов при атмосферном давлении. При достаточной интенсивности лазерных импульсов случайное вскипание становится вынужденным. Применение разработанной оптоэлектронной техники для измерения динамики процесса вскипания в пузырьковой камере сделано совместно с сотрудниками лаборатории высокотемпературных измерений Института теплофизики УрО РАН А.Л. Гурашкиным и А.А. Старостиним.

4.1 Автоматизированная установка для исследования перегретых жидкостей в миниатюрной пузырьковой камере

Модернизированная установка миниатюрной пузырьковой камеры с волоконными зондами представлена на рисунке 4.1 [65, 68]. Классическая установка для исследования перегретых состояний жидкости путем сброса давления дополнена волоконно-оптической системой и электронными блоками, описание кото-

рых приведено в главе 3. Эксперименты проводятся над исследуемой жидкостью перегреваемой в толстостенном капилляре из молибденового стекла с внутренним диаметром 1,4 мм и наружным диаметром 6 мм. Внутри капилляра размещено три зонда из волокна SMF-28 с внешним диаметром 125 мкм и диаметром световедущей жилы 10 мкм. Перегретое состояние получают сбросом начального давления, превышающего давление на линии фазового равновесия, до некоторого значения ниже давления насыщения при заданной температуре.

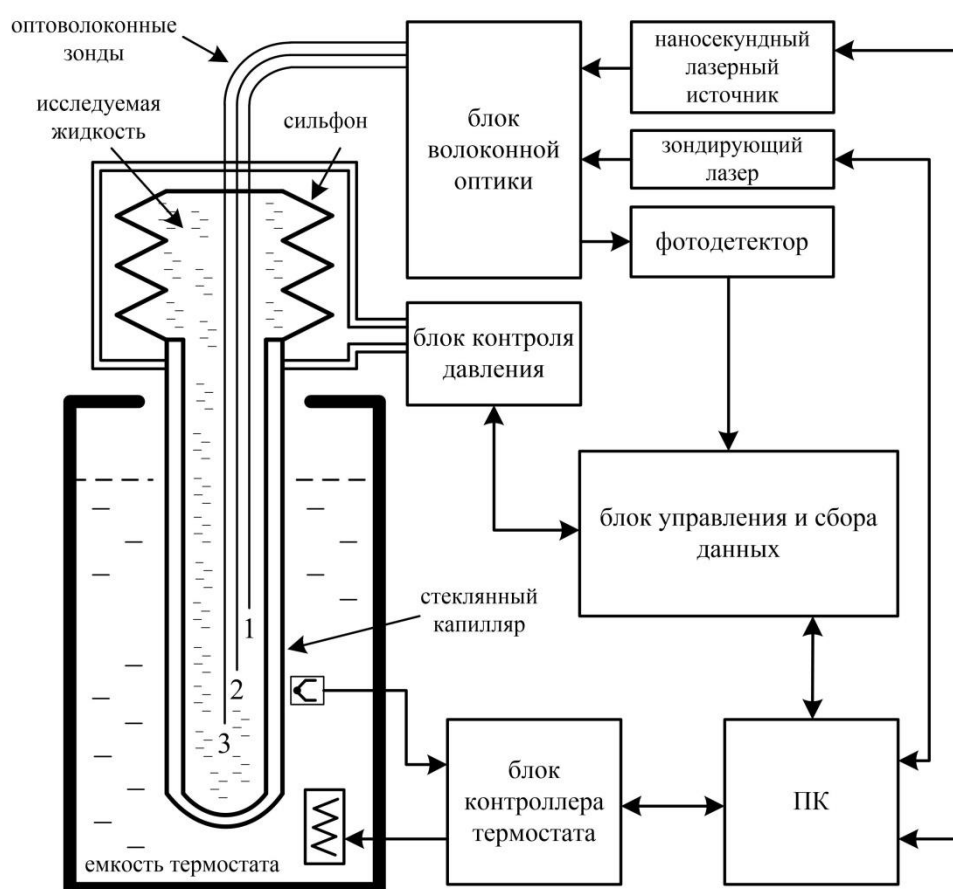


Рисунок 4.1 – Функциональная схема установки миниатюрной пузырьковой камеры с волоконными зондами.

Длительность такого сброса выбирается из условия релаксации температуры жидкости к моменту установления избранного значения давления и составляет около 1 с.

Капилляр находится в жидкостном термостате. Термостат представляет собой емкость из термостойкого стекла объемом 600 мл, на стенки которого нанесе-

на теплопроводная паста и намотан нагреватель. В емкость термостата залит теплоноситель ПЭС-4. Нагреватель, намотанный на боковую поверхности термостата, подключен к блоку контроллера термостата. Режим работы нагревателя определяется автоматически посредством работы блока контроллера термостата. Непосредственное наблюдение за температурой в измерительной ячейке производится дополнительной термопарой. Градуировочная кривая термопар получена на специальном стенде сравнением с показаниями платинового термометра 1-го класса. Такой способ задания и измерения температуры обеспечивает погрешность в 0,1 К.

Капилляр гидравлически отделен сильфоном от газовой системы создания и измерения давления. Из баллона пар двуокиси углерода поступает по коммуникациям в камеру давления. Изменение режимов давления происходит за счет подачи напряжения на электроклапаны, в составе блока контроля давления. Визуальное наблюдение за изменением давления ведется по манометру с верхним пределом измерения 25 МПа и классом точности 0,4.

Для проведения опытов по активированному вскипанию была задействована оптоволоконная система (описанная в главе 3) с наносекундным лазерным источником, постоянным зондирующим лазером и фотодетектором [65, 68]. Оптоволоконная схема подключается к одному из трех волоконных зондов для одновременной подачи активирующего импульса накачки и отслеживания сигнала обратного отражения рефлектометра. Сигнал отражения направляется на фотодетектор, а затем обрабатывается с помощью высокочастотного осциллографа Rigol MSO5354. На рисунке 4.2 схематично показан процесс роста активированного пузыря на торце световода после действия импульса активации.

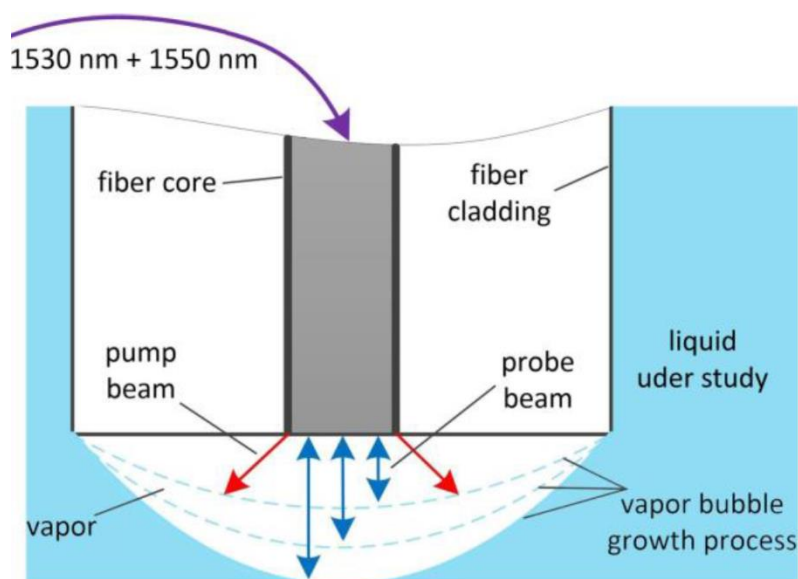


Рисунок 4.2 – Рост парового пузыря на торце световода после действия импульса активации. Показано формирование отраженного излучения рефлектометра по мере роста паровой пленки.

4.2 Условия активации *n*-пентана на торце световода

Опыты по активированному вскипанию проводились в широкой области перегретых состояний *n*-пентана, от 80°C до 140°C, со сбросом давления до атмосферного [68]. Использовались три различных одномодовых световода в рабочей части капилляра пузырьковой камеры. Обнаружено, что световоды различаются по уровню минимальной мощности импульсов $P_{\text{им}}$, активирующих вскипание жидкости. Иницированное вскипание происходило на торце световода и носило ярко выраженный пороговый характер. Уменьшение мощности на 1–2 % ниже порога приводило к известной картине спонтанного вскипания. Различие в уровнях пороговой мощности между световодами было многократным. На рисунке 4.3 приведена характерная осциллограмма рефлектометрического сигнала вблизи порога активации. Вскипание жидкости произошло на 6-ом импульсе вследствие превышения порога активации при влиянии флуктуаций мощности импульсов и плотности перегретой жидкости.

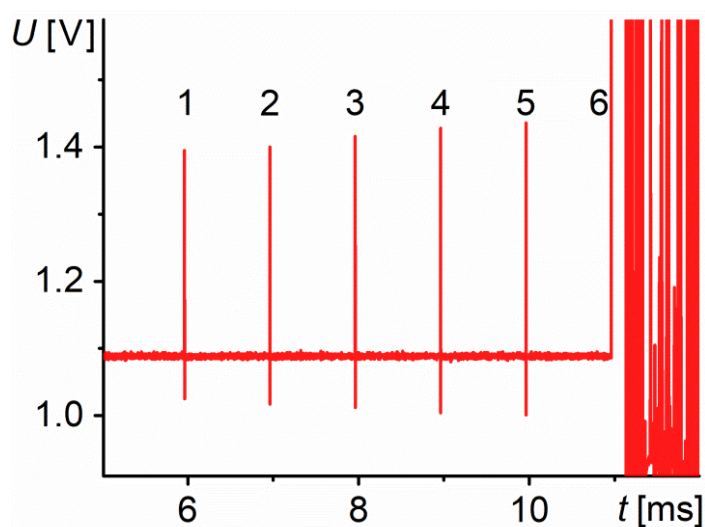


Рисунок 4.3 – Сигнал оптоволоконного рефлектометра с наложением импульсов накачки с интенсивностью вблизи порога активации.

На рисунке 4.4 показаны зависимости пороговых значений мощности активирующих импульсов от температуры жидкости в области 80 °С – 140 °С. Видно, что световоды показывают схожие зависимости, однако резко отличаются по значениям пороговой мощности активации вскипания. При температуре 80 °С мощности источника было недостаточно для активации вскипания на световоде 1.

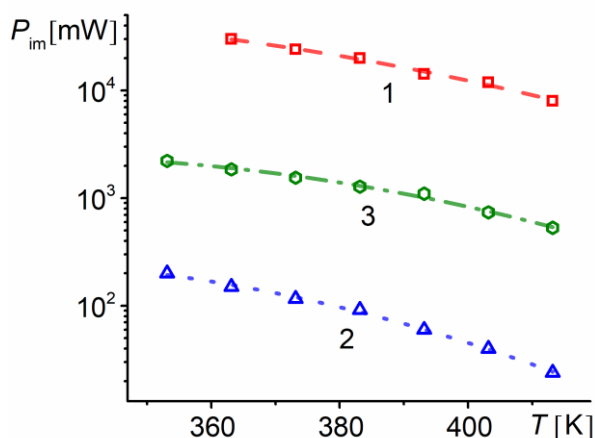


Рисунок 4.4 – Зависимости пороговых значений P_{im} мощности активирующих импульсов от значений температуры перегретого *n*-пентана на трех световодах при длительности импульса 2 нс.

Вместе с тем, зависимость среднего времени жизни перегретого *n*-пентана от температуры при действии лазерных импульсов ниже порога активации оказалась устойчивой.

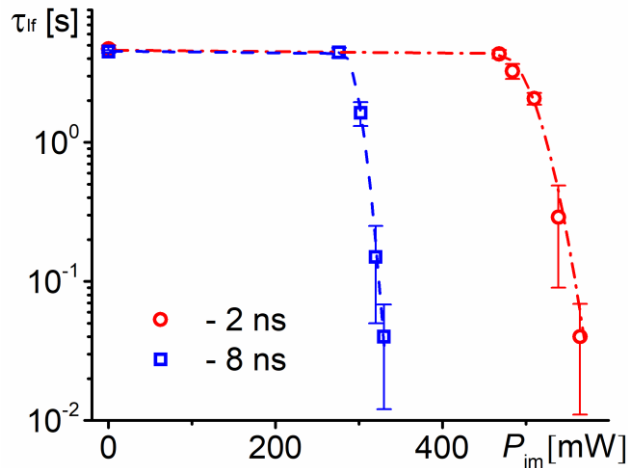


Рисунок – 4.5 Пример зависимости среднего времени жизни перегретого *n*-пентана от мощности активирующего импульсного излучения на световоде № 3 при температуре 140 °С (величина перегрева при атмосферном давлении 104 °С). Пороговая мощность активирующего импульса при длительности 8 нс составляла ~300 мВт. При длительности 2 нс пороговая мощность увеличивается до ~500 мВт.

Это обстоятельство отмечалось и в работах других исследователей. Аналогично опытам с активацией вскипания ультразвуком [77, 80], была получена зависимости среднего времени жизни от мощности импульсного излучения при различных значениях перегрева. Характерный пример при температуре 140 °С (перегрев на 104 °С) показан на рисунке 4.5. Можно наблюдать пороговый характер действия активирующих импульсов, практически не влияющих на процесс спонтанного вскипания до порогового значения, составляющего для данного примера импульсы с амплитудой 300–500 мВт при длительности 2–8 нс. Таким образом, система практически не реагирует на активирующее воздействие лазерных импульсов в широкой области изменения интенсивности воздействия, сохраняя случайный характер, присущий спонтанному вскипанию. Возможно, сказывается ма-

ловероятность совпадения локальной флуктуации плотности жидкости и короткого импульса на относительно малой площадке торца световода.

4.3 Измерения скорости переходных процессов при активации вскипания перегретого *n*-пентана

В ходе экспериментов по оптоволоконной денситометрии перегретой жидкости после активации вскипания было замечено появление высокочастотных колебаний на выходе быстродействующего фотодетектора отраженного излучения [65]. Наблюдаемые колебания не связаны с изменениями плотности среды, а появляются в результате интерференции отраженных лучей. Поскольку зарождение и распространение границы раздела фаз приводит к образованию дополнительного отраженного сигнала (рисунок 4.2), то в результате наложения его с отражением световых волн от неподвижного торца световода может образоваться бегущая интерференционная картина (рисунок 4.6), характерная для интерферометров с движущимся отражателем.

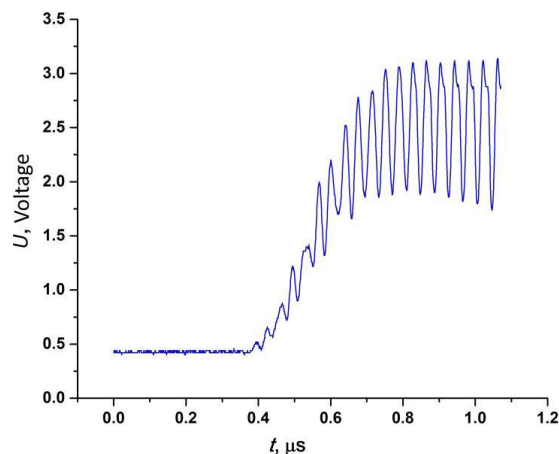


Рисунок 4.6 – Структура отраженного сигнала с интерференцией отраженных лучей от торца световода и движущейся границы раздела фаз после активации вскипания *n*-пентана при 125 °С лазерным импульсом.

В таком случае частота наблюдаемых колебаний зависит от скорости движения отражателя по эффекту Доплера. Измеряя частоту регистрируемых колеба-

ний, можно определить скорость перемещения отражающей границы раздела фаз. Соответствующий метод лазерных измерений носит название лазерной доплеровской велосиметрии [35, 81]. В наших экспериментах доплеровское смещение частоты увеличивалось в с нарастанием скорости роста пузырька при повышении температуры перегрева *n*-пентана и атмосферном давлении. Скорость перемещения границы раздела фаз определялись по соотношению доплеровской велосиметрии:

$$V(t) = F_D(t) \cdot \lambda / 2n(t), \quad (4.1)$$

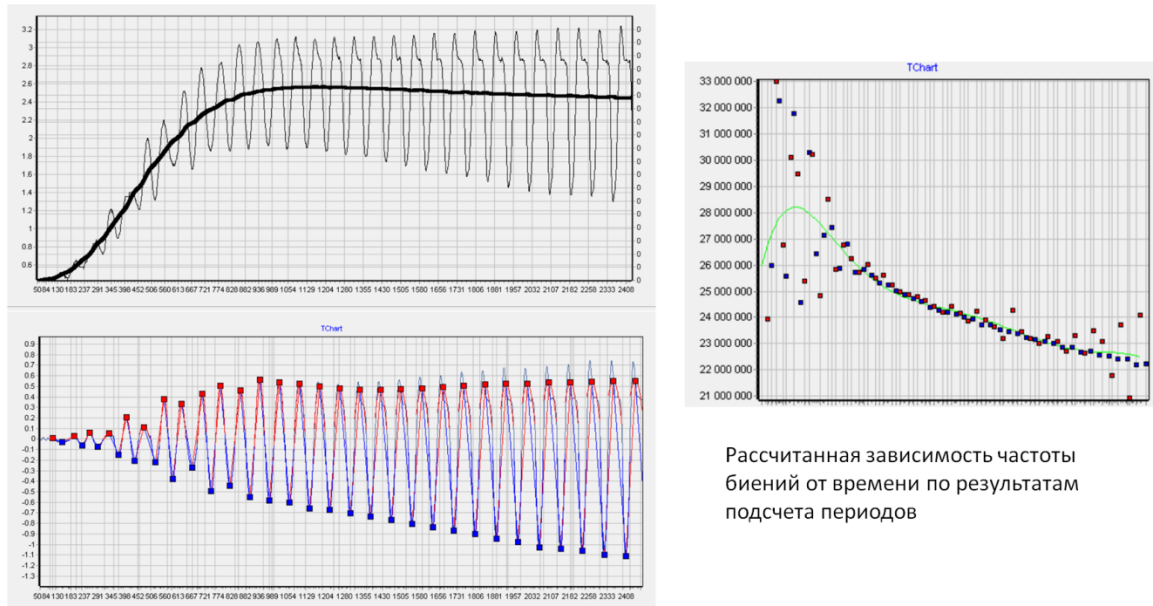
где F_D – текущее доплеровское смещение частоты (МГц), λ – длина волны излучения лазерного диода (1,55 мкм), $n(t)$ – текущий показатель преломления среды:

$$n(t) = n_{\text{liq}} - (n_{\text{liq}} - n_{\text{vap}}) \cdot [U(t) - U_{\text{min}}] / (U_{\text{max}} - U_{\text{min}}), \quad (4.2)$$

где n_{liq} , n_{vap} – показатели преломления жидкой и паровой фаз на линии насыщения при температуре опыта, соответственно. U_{min} , U_{max} – минимальное и максимальное средние значения выходного сигнала фотоприемника, соответствующие значениям n_{liq} , n_{vap} ; $U(t)$ – текущее среднее значение выходного сигнала фотоприемника. В большинстве случаев колебания развивались при разуплотнении до паровой фазы, поэтому $n(t) \Rightarrow 1$.

Сигнал на фотодетекторе, полученный в эксперименте, содержит информацию об изменении среднего показателя преломления от времени $n(t)$, а также величины доплеровского смещения частоты от времени $F_D(t)$. Для обработки первичных данных разработано специализированное программное обеспечение. Внешний вид окон интерфейса программы показан на рисунке 4.7.

На графике сверху на исходный сигнал рефлектометра наложен профиль среднего показателя преломления, полученный с помощью цифрового фильтра нижних частот. График слева снизу показывает принцип расчета доплеровской частоты. Частота рассчитывается по целому числу полупериодов за единицу времени. Результат расчета частоты от времени показан на графике справа.



Сигнал отражения с фильтрацией (сверху). Сигнал с вычитанием смещения и подсчетом периодов (снизу)

Рисунок 4.7 – Окно программы с результатами расчета доплеровской частоты и изменения показателя преломления от времени

Для получения зависимости доплеровской частоты от времени программа расчета проводит серию последовательных операций. Сначала из исходного сигнала вычитается отфильтрованный профиль показателя преломления для получения гармонического сигнала близкого к симметричному виду (график снизу слева). Затем отдельно для верхней (выше нуля) и нижней (ниже нуля) частей сигнала определяются экстремумы с расчетом временных задержек между соседними полупериодами. По временным задержкам рассчитываются набор дискретных значений частот в Герцах. Полученные значения частот накладываются на абсолютную временную шкалу процесса измерения для получения зависимости частоты от времени

4.4 Измерение скорости роста паровой фазы на торце световода стробоскопической видеосъемкой

С целью верификации данных, полученных по методу доплеровской велосиметрии, были проведены классические эксперименты по оценке скорости роста паровой фазы с помощью метода стробоскопической видеосъемки [65]. Для этого установка пузырьковой камеры была дополнена оптической схемой с видеомикроскопом и импульсной лампой-подсветкой (рисунок 4.8).

В качестве стробоскопической камеры применен электронный микроскоп Andonstar AD409, способный записывать видеопоток с разрешением до UltraHD 2880 x 2160 (24 кадров/сек). Импульсная подсветка построена на мощном 4-х сегментном белом светодиоде и разработанной для него платы драйвера. Подсветка генерирует световой импульс высокой интенсивности в диапазоне длительностей от 100 нс до 5 мкс при подаче на вход сигнала синхронизации.

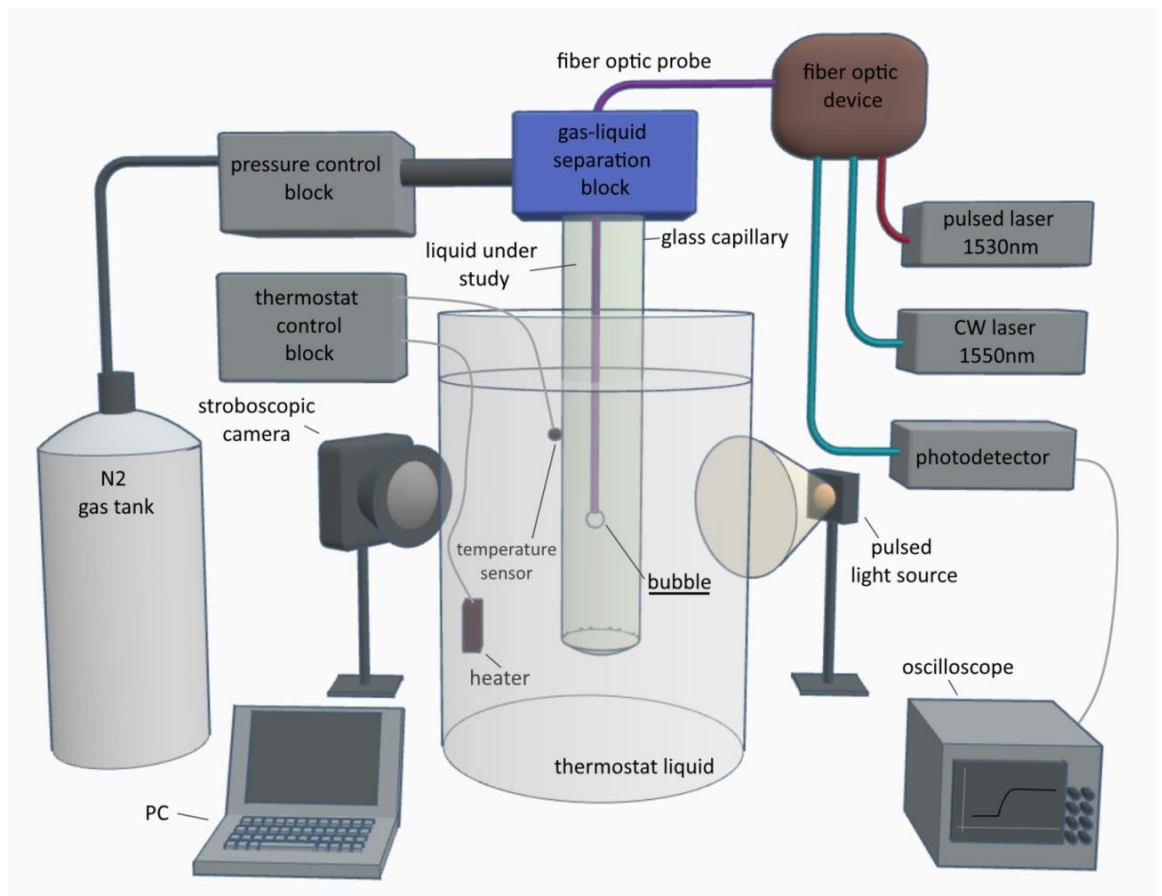


Рисунок 4.8 – Установка пузырьковой камеры с компонентами для стробоскопической съемки.

Работа со стробоскопической съемкой построена следующим образом. Установка изолируется от источников естественного освещения, затем цифровой микроскоп включается в режим записи видеопотока. В активной фазе эксперимента с некоторой задержкой после импульса активации формируется сигнал синхронизации, включающий на короткое время светодиод подсветки.

Короткая световая вспышка освещает торец световода в пузырьковой камере и засвеченная область фиксируется на одном из кадров видеопотока в памяти цифрового микроскопа. Прделав серию опытов с разными задержками импульса вспышки относительно импульса активации, был получен ряд фотографий для разных стадий роста пузыря на торце световода. На рисунке 4.9 можно видеть кадр с активированным пузырем, в *n*-пентане при задержке 50 мкс от момента активации. Для оценки размеров на фотографию нанесена масштабная линейка.

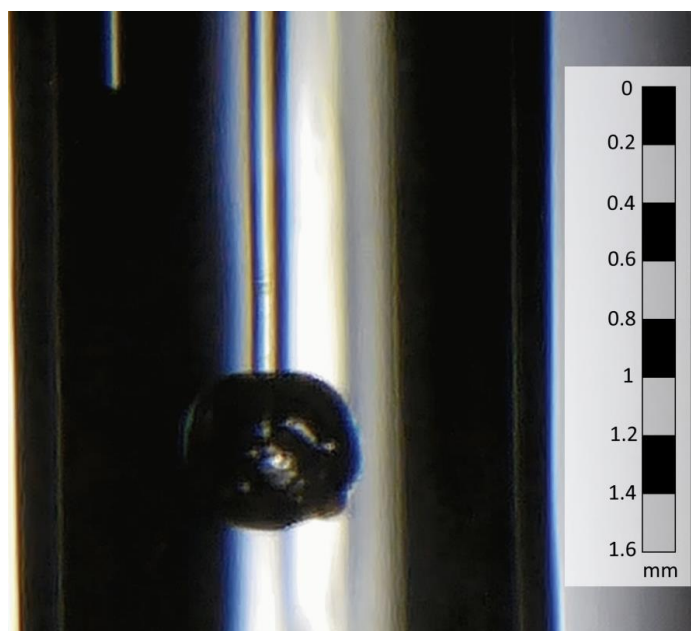


Рисунок 4.9 – Фотография, полученная методом стробоскопической съемки. Виден паровой пузырь на конце световода в *n*-пентане при задержке 50 мкс от момента активации при температуре опыта 123 °С.

На рисунке 4.10 показана серия снимков, полученных стробоскопическим способом и демонстрирующих процесс роста пузыря в микросекундном масштабе времени.

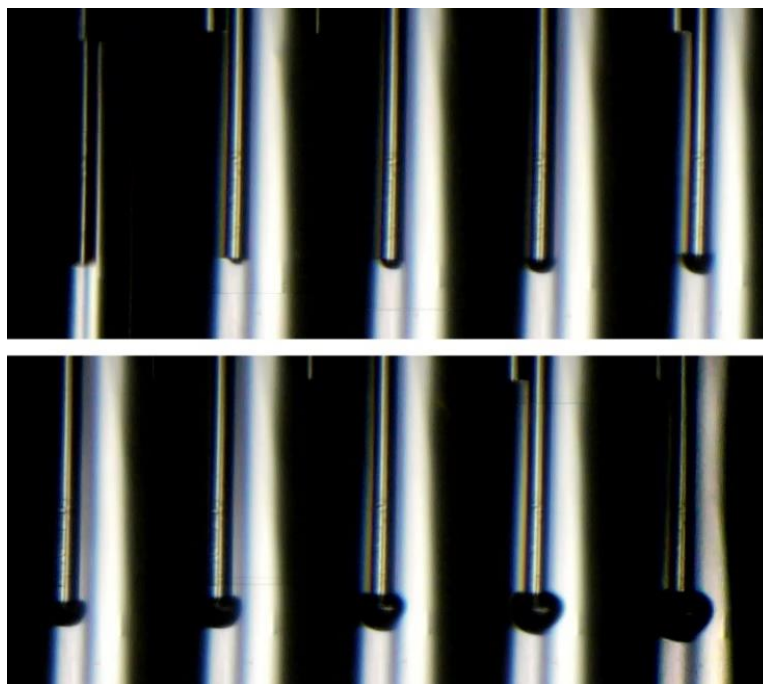


Рисунок 4.10 – Рост пузыря в *n*-пентане на конце световода после подачи импульса накачки. Снимки получены стробоскопической съемкой с увеличением задержки импульсной подсветки на 1 мкс для каждого последующего снимка. Температура опыта 130°C, давление атмосферное.

Длительность синхронной с импульсом накачки подсветки составляла 0,5 мкс. Задержка от импульса накачки увеличивалась на 1 мкс для каждого последующего кадра. Видеоряд показывает закономерный рост паровой пленки на торце световода со временем и формирование пузыря после 4 микросекунды. Примечательно, что на коротком интервале времени силы поверхностного натяжения удерживают пузырь на торце световода. Последующее развитие процесса идет менее предсказуемо с нарастанием влияния гидродинамических возмущений.

На рисунке 4.11 показаны две серии изображений для двух температур опыта – 100 °С и 123 °С. Вертикальные снимки сделаны с равной задержкой и соответствуют одному временному интервалу съемки. Можно видеть, что при более высокой температуре перегрева процесс роста происходит значительно быстрее.

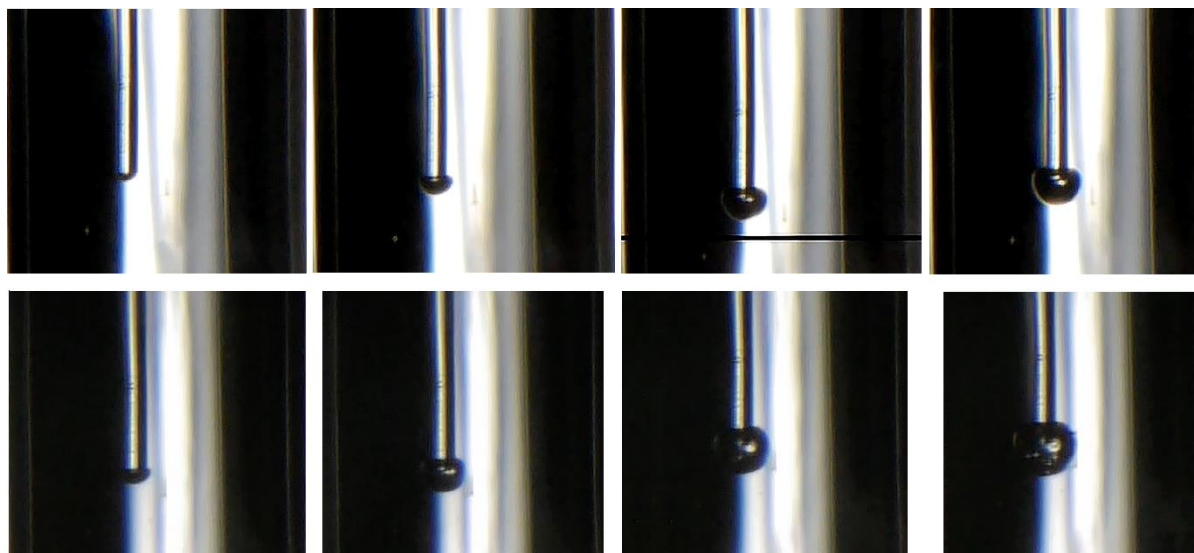


Рисунок 4.11 – Сравнение фаз роста при двух температурах опыта. Верхний ряд – температура опыта 100 °С, нижний ряд – 123 °С. Снимки получены стробоскопической съемкой с увеличением задержки импульсной подсветки на 1 мкс для каждого последующего снимка в 4, 8, 12, 16 мкс.

Измерение абсолютных размеров пузыря на изображениях, необходимое для расчета скорости роста, ограничивается рефракцией света, вследствие неравномерности оптических характеристик сред на пути хода лучей. Однако для определения размеров можно использовать изображение световода в оболочке с известным диаметром в 125 мкм. Привязка размера пузыря к диаметру световода дает возможность рассчитать линейные размеры для каждого изображения. Сопоставление данных скорости роста, полученных с помощью доплеровской велосиметрии, со стробоскопическим методом показало среднее отклонение не более 15 % в интервале длительностей от 3 до 5 мкс на температуре опыта в 100 °С. Метод стробоскопической съемки дает приемлемый результат измерений при сравнительно низких скоростях, соответствующих поздним стадиям роста пузыря и умеренным температурам перегрева. На рисунках 4.10, 4.11 можно видеть, что начальная стадия роста (первые микросекунды), характеризуется высокой скоростью, оценка которой затруднена методами скоростной съемки, но возможна с применением метода доплеровской велосиметрии.

4.5 Результаты измерений скорости переходных процессов при активации вскипания *n*-пентана при температурах перегрева 60 – 140 °С

Скорости роста паровой фазы были рассчитаны по методу доплеровской велосиметрии на основе первичных данных экспериментов активированного вскипания *n*-пентана [65].

Полученные в ходе эксперимента зависимости напряжения на фотодетекторе волоконного рефлектометра приведены на рисунке 4.12.

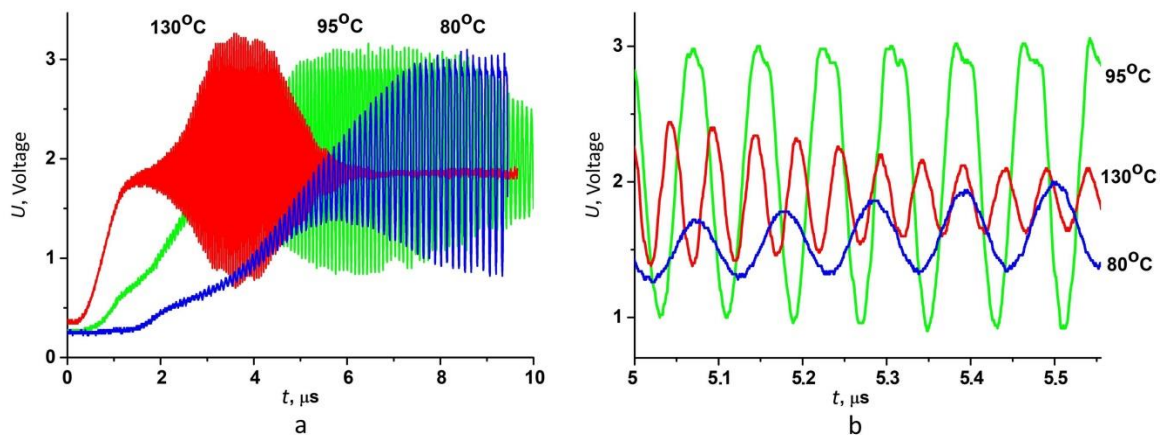


Рисунок 4.12 – Измеренные сигналы отражения от торца световода после активации кипения *n*-пентана при различных температурах и атмосферном давлении в общем (а) и увеличенном (б) масштабе с различной частотой доплеровского смещения при активации вскипания.

На рисунке показаны формы сигналов для значений температуры *n*-пентана 80 °С, 95 °С и 130 °С (перегрев $T_{exp} - T_s$ составляет 43, 58 и 93 градуса соответственно). Общая динамика сигнала после активации вскипания показана на рисунке 4.12 а для трех температур опыта. На рисунке 4.12 б в укрупненном масштабе показано изменение частоты доплеровского смещения на интервале времени 5 – 5,5 мкс, можно видеть существенную разницу в частотах процессов для разных температур опыта. Процесс перехода к установившемуся среднему значению происходил за время от 1 мкс для 130 °С до 6 мкс для 80 °С. Частота доплеровских колебаний варьировалась соответственно от 12 до 25 МГц.

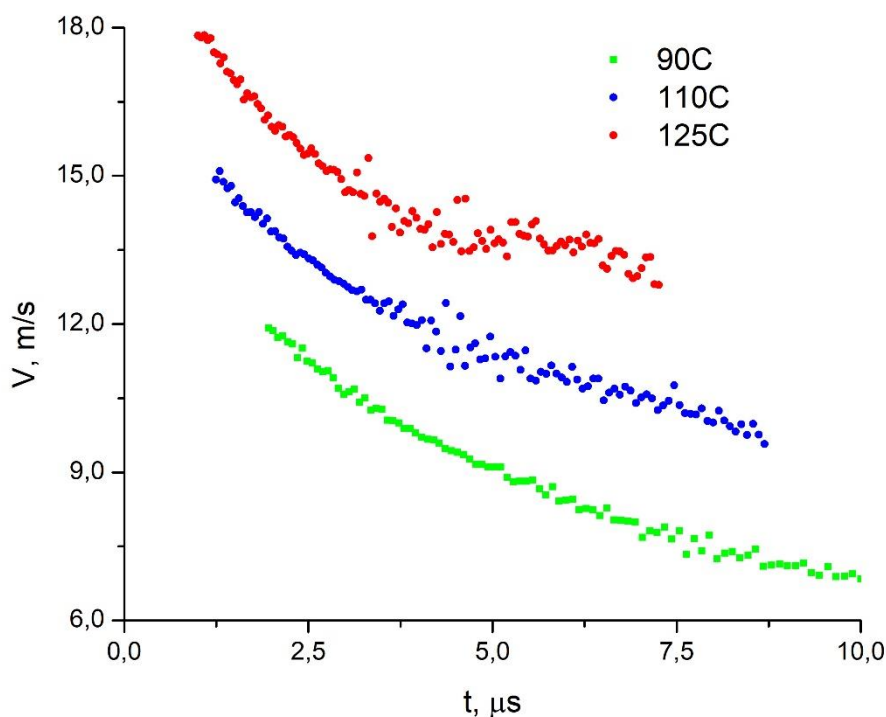


Рисунок 4.13 – Изменение скорости движения парового фронта от времени при различных начальных температурах перегретого *n*-пентана. Задержка отсчетов увеличивается для более низких температур в связи с уменьшением амплитуды регистрируемого сигнала в начале процесса.

На рисунке 4.13 показаны зависимости, рассчитанные по частоте колебаний скорости движения парового фронта от времени при различных температурах T_{exp} . Определение частоты колебаний и скорости было возможно только при достижении достаточной амплитуды сигнала, что проявляется в задержке начала измерений.

На установке проведены серии измерений в широком диапазоне температур перегрева от 80 °С до 140 °С на образце *n*-пентана. Также проделаны измерения под влиянием остаточного давления на начальную (максимальную) скорость парового фронта. На рисунке 4.14 показано влияние конечного давления на начальную скорость движения межфазной границы.

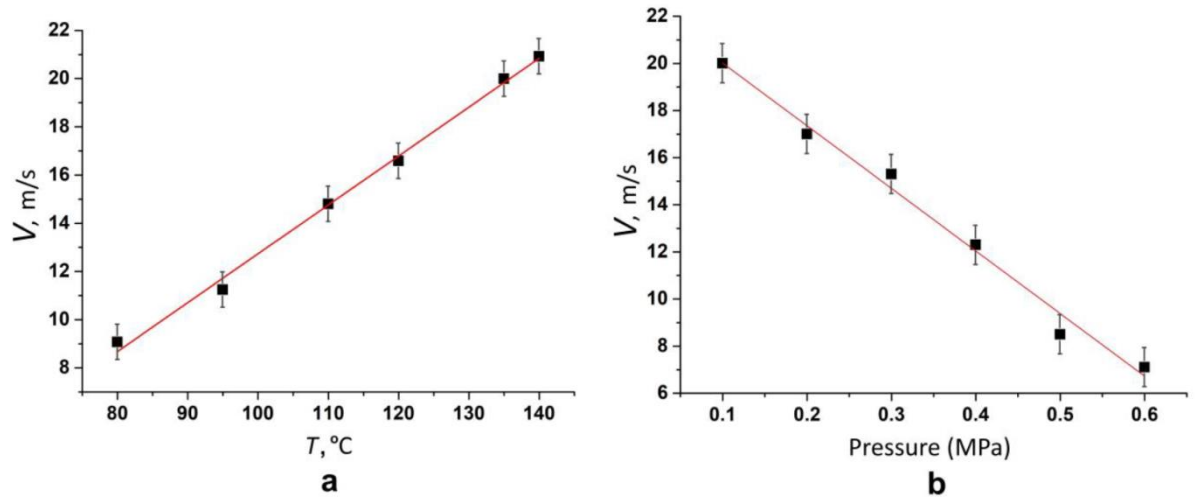


Рисунок 4.14 – Рассчитанные по методу доплеровской велосиметрии температурные и барические зависимости начальной скорости смещения границы раздела фаз при атмосферном давлении (а) и при температуре 135°C (б). Указан разброс результатов определения начальной скорости около 5 % в области начала колебаний сигнала.

Полученные зависимости начальной скорости смещения границы раздела фаз от температуры и давления близки к линейным (рисунок 4.14). Действие температуры и давления противоположно. Увеличение температуры увеличивает скорость переходного процесса с коэффициентом около $0,2$ м/с на градус, а увеличение давления уменьшает эту скорость с коэффициентом $\sim 25,8$ м/с на мегапаскаль.

Рассчитанные по измеренным доплеровским частотам значения начальной скорости роста паровой фазы на торце световода значительно (в ~ 2 раза) отличаются от значений, рассчитанных по формуле Рэлея для инерционной стадии. Несмотря на продвижение измерений скорости парового фронта к субмикросекундным интервалам от начала вскипания не было обнаружено участка рэлеевского расширения с постоянной скоростью. Полученные результаты подтверждают предположение [33, 82] о более низком давлении пара и вероятном охлаждении паровой пленки уже на начальной стадии роста, несмотря на протекание процесса, вблизи горячей поверхности торца световода.

Выводы по главе 4

Разработан и апробирован метод измерения скорости движения парового фронта при активации вскипания жидкости на торце световода коротким лазерным импульсом. Опыты проведены в миниатюрной пузырьковой камере, традиционно применяемой для определения зависимостей среднего «времени жизни» и частоты зародышеобразования в жидкости от температуры перегрева в строго контролируемых условиях. Главное отличие реализованного подхода состоит в достижении пространственной локализации в единицы микрометров с локализацией по времени на уровне единиц наносекунд. Комбинация торцевого оптоволоконного датчика с пузырьковой камерой по принципу накачка-зондирование открыла новые возможности для исследований быстропротекающих процессов при фазовых переходах жидкость-пар по методам денситометрии и велосиметрии. В частности выяснено, что полученные результаты не вписываются в рэлеевскую схему и могут трактоваться как подтверждение предположения о более низком давлении пара и охлаждении паровой пленки уже на начальной стадии роста паровой фазы. В итоге применение данного подхода к изучению начальной скорости движения парового фронта дает возможность проверки теоретических представлений о протекании фазового перехода на границе жидкости и твердой поверхности в зависимости от степени перегрева жидкости. Активация наносекундными импульсами позволила вовлечь в исследование широкую область умеренно-перегретых состояний, ранее считавшуюся труднодоступной из-за больших времен ожидания спонтанного вскипания.

ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ТЕПЛОВОЙ РЕЛАКСАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ МЕТАЛЛОВ И ПОЛУПРОВОДНИКОВ

Для решения задачи бесконтактного контроля приповерхностных слоев, покрытий в микроэлектронной технологии, исследования многокомпонентных структур и материалов может быть применен метод изучения локальных тепловых процессов, использующий сочетание принципов лазерной диагностики и метода оптической терморелефметрии по методу «накачка-зондирование» [66, 67, 75, 83, 84]. Импульсное лазерное излучение накачки возбуждает в образце температурную неоднородность, скорость релаксации которой несет информацию о теплофизических свойствах облучаемой области. Параметры температурной релаксации неоднородности определяются по синхронному с нагревающим импульсом изменению амплитуды отраженного излучения зондирующего лазера. Изучение особенностей термоотражения при релаксации локальной температурной неоднородности в приповерхностном слое исследуемого материала позволяет определить закономерности изменения физических характеристик образца при действии различных внешних факторов, например, температуры и магнитного поля. Зачастую такие исследования необходимо проводить на малых образцах в стесненных условиях малогабаритных измерительных ячеек в экспериментальных установках без оптических окон, где затруднено использование крупногабаритных оптических схем и оборудования. Применение метода «накачка-зондирование» для твердых образцов при низких температурах сделано совместно с сотрудниками лаборатории высокотемпературных измерений Института теплофизики УрО РАН А.А. Старостиным и В.В. Шангиным и лаборатории полупроводников и полуметаллов Института физики металлов УрО РАН А.Т. Лончаковым и С.Б. Бобиным.

5.1 Установка с нагревом поверхности образца расходящимся излучением от волоконного световода и одновременным считыванием сигнала термоотражения

В качестве источников излучения использовались полупроводниковые лазерные диоды с оптоволоконным выходом. Лазерный диод мощностью 0,1 – 0,2 Вт с импульсной накачкой работает на длине волны 1470 нм и обеспечивает импульсный нагрев образца. Источник зондирующего излучения на основе DFB лазерного диода работает на длине волны 1530 нм с непрерывной мощностью 0,001 Вт. Применение DFB лазерного диода обусловлено требованием постоянства длины волны зондирующего излучения для стабилизации рабочей точки интерферометра на цикл измерения.

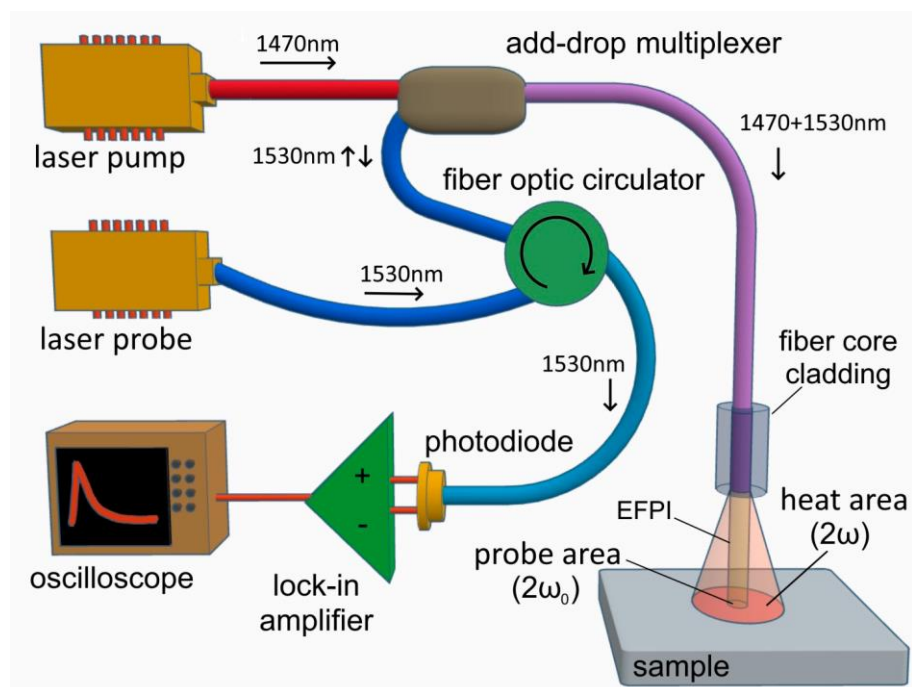


Рисунок 5.1 – Экспериментальная установка лазерного нагрева поверхности с помощью волоконно-оптического интерферометра (EFPI).

Схема установки показана на рисунке 5.1 [66, 67, 75]. Для объединения и разделения нагревающего и зондирующего лучей использовался спектральный сумматор-делитель. Выделение отраженного зондирующего излучения осуществлялось оптоволоконным циркулятором. Функцию синхронного усилителя сигнала

фотоприемника выполнял цифровой осциллограф с внешней синхронизацией от импульса источника накачки нагревающего лазера. Предварительная настройка рабочей точки интерферометра на линейном участке рабочей характеристики достигалась регулировкой зазора с помощью пьезоэлектрического привода. При установке рабочей точки на середине линейного участка интерферометра была достигнута чувствительность к смещениям поверхности около 10 мВ/нм при интенсивности шума около 1 мВ. Средняя величина регистрируемых сигналов составляла 10 – 30 мВ при протяженности линейного участка характеристики около 2–3 В. Различие в размерах области нагрева и участка отражения зондирующего излучения ИФП позволило производить измерения в квазиизотермических условиях. Вариация длительности греющего импульса позволила при прочих равных условиях изменять глубину прогрева приповерхностного слоя, то есть изменять локализацию температурного возмущения на поверхности образца. Это позволило изучать изменения скорости температурной релаксации и интенсивности приповерхностных теплообменных процессов.

5.2 Применение внешнего оптоволоконного интерферометра Фабри-Перо для усиления сигнала термоотражения

Традиционные методы исследования тепловых свойств твердых тел с нагревом короткими импульсами используют комплексное изменение отражающей способности нагретой поверхности для получения данных о температурном поле. Даже при правильно выбранном материале преобразующего слоя термоотражение будет невелико. Учитывая, что в данных методах температура нагрева обычно менее 10 градусов, уровень сигнала термоотражения находится в пределах шумовой полосы измерительного оборудования.

В установке с оптоволоконным нагревом дополнительный вклад в сигнал термоотражения вносит образованный в зазоре между торцом световода и поверхностью интерферометр Фабри-Перо (EFPI) [66, 75, 85]. На рисунке 5.2 показана схема формирования интерферометра в зазоре световод-образец.

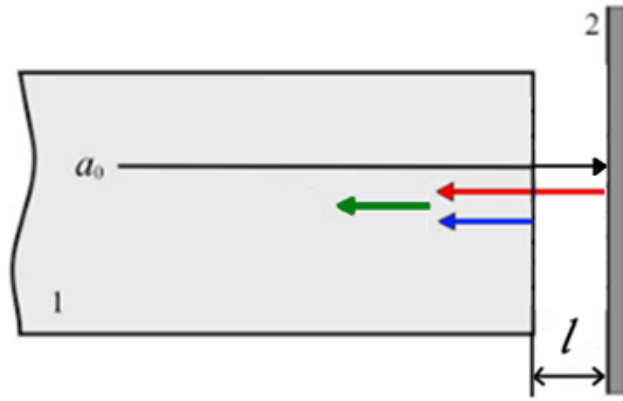


Рисунок 5.2 – Низкодобротный интерферометр Фабри-Перо в зазоре между торцом световода (1) и поверхностью нагреваемого образца (2), где a_0 – падающий луч постоянного зондирующего излучения, зеленый – луч, образованный в результате интерференции, красный и синий – отраженные лучи от поверхности образца и границы раздела световод-воздух соответственно.

В EFPI регистрируется переменная интенсивность отраженного света относительно базового уровня из-за интерферометрических эффектов. За работу EFPI в качестве датчика смещения отражающей поверхности отвечают механизмы интерференции и изменения интенсивности. Интерференционный механизм описывается известной двухлучевой интерференцией Фабри-Перо между двумя поверхностями зазора [86]. Низкокогерентный вариант интерферометра получается, если средний коэффициент отражения $R = (R_1 \cdot R_2)^{1/2} \ll 1$ для отражений от двух сторон зазора L . Тогда многократными отражениями можно пренебречь и уравнение интерференции для зондирующего луча выразить в известной форме, связанной с гармоническим приближением функции Эйри:

$$I_r(t) = I_0 \cdot \eta \cdot (1 - R)^2 \cdot \left[1 + 2R \cdot \cos\left(\frac{4\pi n L(t)}{\lambda} + \varphi(t)\right) \right] \quad (5.1)$$

где $I(t)$ – зависимость интенсивности излучения от времени на выходе EFPI, I_0 – начальная интенсивность излучения на входе EFPI, n – показатель преломления среды в зазоре интерферометра ($n \approx 1$), $L(t)$ – зависимость величины зазора от времени, λ – длина волны зондирующего излучения, $\varphi(t)$ – зависимость сдвига фа-

зы отраженного от образца излучения от времени, η – коэффициент ослабления интенсивности излучения за счет расхождения пучка в зазоре интерферометра.

Механизм ослабления интенсивности излучения в зазоре EFPI связан с расширением пучка излучения на выходе из световода соответственно его числовой апертуре N_A . Распространение излучения за волокном происходит в рамках модели гауссова пучка с перетяжкой на торце волокна. Ширину гауссова пучка характеризуют радиусом ω , который увеличивается (расходится) вдоль оси пучка, и в своем минимуме на торце световода соответствует радиусу перетяжки ω_0 . В рассматриваемом случае ω_0 задается половиной диаметра модового пятна световода. Подход на основе модели гауссова пучка предполагает, что пучок проходит удвоенную длину зазора интерферометра – в прямом и обратном направлении, оставаясь гауссовым, и на границе с волокном имеет радиус, превышающий ω_0 . Расстояние, на котором пучок расширяется в два раза, определяет рэлеевскую длину пучка L_0 . Относительная доля η мощности отраженного от образца зондирующего излучения, которая будет «захвачена» волокном в виде излучения основной моды, будет определяться интегралом перекрытия поля моды и падающего на торец излучения [87, 88]:

$$\eta = 1/(1+(L/L_0)^2) \quad (5.2)$$

Для стандартного одномодового световода SMF-28 диаметр поля моды составляет около 10 мкм. При типичной числовой апертуре одномодового световода $N_A \approx 0,12$ диаметры нагревающего и зондирующего пучков увеличиваются с расстоянием приблизительно на 10 мкм на каждые 42 мкм зазора ($L_0 \approx 42$ мкм). Для величины зазора $L \approx 100$ мкм имеем: $2\omega \approx 34$ мкм, $\eta \approx 0,15$. В то же время, информационная площадка интерферометра на обрабатываемой поверхности соответствует полю основной моды световода ($2\omega_0 \approx 10$ мкм). Можно выбрать такое значение зазора L , при котором интенсивность нагрева будет достаточна для обработки, а измерительная площадка интерферометра при допустимом ослаблении η будут соответствовать квазиизотермической площадке в центре пятна нагрева.

5.3 Моделирование процесса генерации сигнала термоотражения при импульсном нагреве поверхности

При импульсном нагреве поверхности наряду с изменениями оптических свойств присутствуют также термодформационные эффекты. Импульсный лазерный нагрев сопровождается локальным тепловым расширением приповерхностного слоя основного материала, которое приводит к возникновению механических напряжений в нагреваемом слое. Тепловое расширение происходит в тонком приповерхностном слое толщиной порядка $(a\tau)^{1/2}$, где a – температуропроводность материала поверхностного слоя, τ – длительность импульса излучения (для микросекундного импульса $(a\tau)^{1/2}$ составляет величину порядка нескольких микрометров). В результате имеет место ускоренное смещение центра массы этого слоя. Радиальное тепловое расширение упругого слоя приводит к возникновению в нем термических напряжений сжатия и деформации поверхности.

Интерферометр, образующийся в оптическом зазоре установки, обладает повышенной чувствительностью к локальным термоупругим эффектам [87–89].

Интерферометр может быть использован для обнаружения смещения поверхности образца из-за теплового расширения, вызванного повышением температуры (рисунок 5.3). Особенность оптической схемы заключается в различии размеров нагревающего и зондирующего лучей.

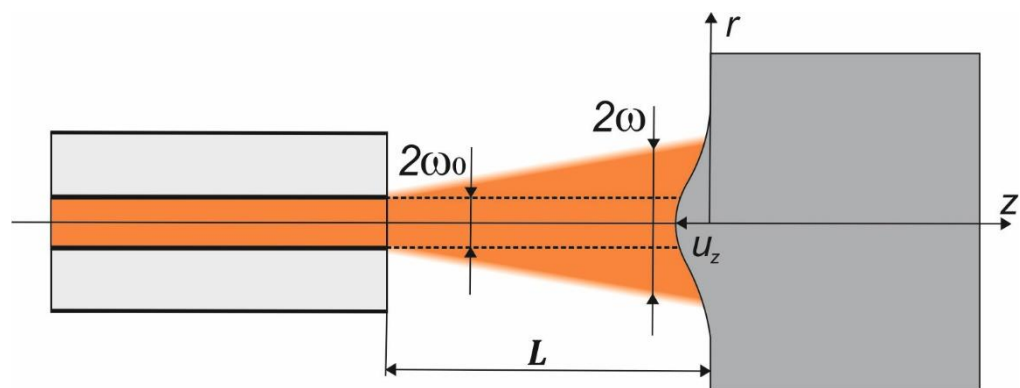


Рисунок 5.3 – Схема нагрева поверхности расходящимся лучом с выхода световода через зазор L . Диаметр поля моды световода $2\omega_0$, диаметр площадки

нагрева 2ω . Амплитуда термодформаций u_z связана с расширением материала образца от нагрева и может быть измерена интерферометром.

Нагревающий луч имеет диаметр в несколько раз больше, чем зондирующий. Узкий зондирующий луч [66, 90] «считывает» информацию с центрального участка пятна нагрева с близкими к максимальным значениям температурой и деформацией.

Изменение оптического пути из-за термоупругой деформации поверхности определяется из интерферометрического сигнала с использованием полуаналитических и числовых инструментов [91, 92]. В результате влияния как термооптического, так и термоупругого эффектов в общем случае сигнал может содержать оба вклада. Однако применение интерферометра в качестве усилителя и детектора фазы отраженного сигнала позволяет выделить эффекты смещения поверхности и изменения фазы излучения при отражении.

Временные и пространственные распределения температуры и деформаций при локальном нагреве рассмотрены в цикле работ [91, 92]. Применим к нашему случаю модель [91, 92] с гауссовым распределением мощности в нагревающем луче:

$$I(r, t) = \frac{E}{\pi\omega^2} \exp\left(-\frac{r^2}{\omega^2}\right) f(t), \quad (5.3)$$

где $f(t)$ – нормированная временная зависимость; E – энергия импульса; ω – радиус гауссова светового пучка.

При поверхностном поглощении излучения размер нагретой области много больше глубины поглощения и можно исходить из модели локального поверхностного теплового источника:

$$W(r, t) = \frac{(1-R)}{c_p\rho_0} I(r, t)\delta(z), \quad (5.4)$$

где R , c_p , ρ_0 – коэффициент отражения света, удельная теплоемкость и плотность материала соответственно, $\delta(z)$ – дельта-функция.

Изменение температуры $T(r, t)$ для теплоизолированной поверхности:

$$T(r, t) = \frac{2E_0}{c_p \rho_0} \int_0^t \frac{\exp\left(-\frac{r^2}{\omega^2 + 4a\Delta t}\right)}{(4\pi a \Delta t)^{1/2} \pi (\omega^2 + 4a\Delta t)} f(t') dt', \quad (5.5)$$

где $E_0 = E(1 - R)$ – поглощенная энергия; a – температуропроводность материала; $\Delta t = t - t'$.

Сопутствующие термодформации по нормали к нагреваемой поверхности:

$$u_z = -u_0 \exp(-r^2/\omega^2) F(t) - u_0 \frac{2}{\pi} \int_0^t \int_0^{\pi/2} \frac{\exp\left(-\frac{r^2 \cos^2 \beta / \omega^2}{1 + \Delta t / \tau}\right)}{(1 + \Delta t / \tau)^{3/2} (\Delta t / \tau)^{1/2}} \times \left(\frac{r^2 \cos^2 \beta / \omega^2}{(1 + \Delta t / \tau)} - 1 \right) \frac{F(t') \cos^2 \beta}{\tau} dt' d\beta, \quad (5.6)$$

где $u_0 = 2(1 + \nu) \alpha_t \frac{E}{c_p \rho_0 \pi \omega^2}$ – амплитуда квазиодномерного режима, α_t – коэффициент линейного теплового расширения, ν – коэффициент Пуассона;

$F(t) = \int_0^t f(t') dt'$; $\tau = \omega^2 / 4a$ – характерное теплое время.

Как показано в работах [91, 92] смещения поверхности за счет теплового расширения запаздывают относительно изменения температуры. На рисунке 5.4 приведен пример относительных изменений температуры $T(0, t)$ и деформации $u_z(0, t)$ в центре пятна нагрева [66]. Запаздывание деформации относительно температуры зависит от размера пятна нагрева и значения температуропроводности образца.

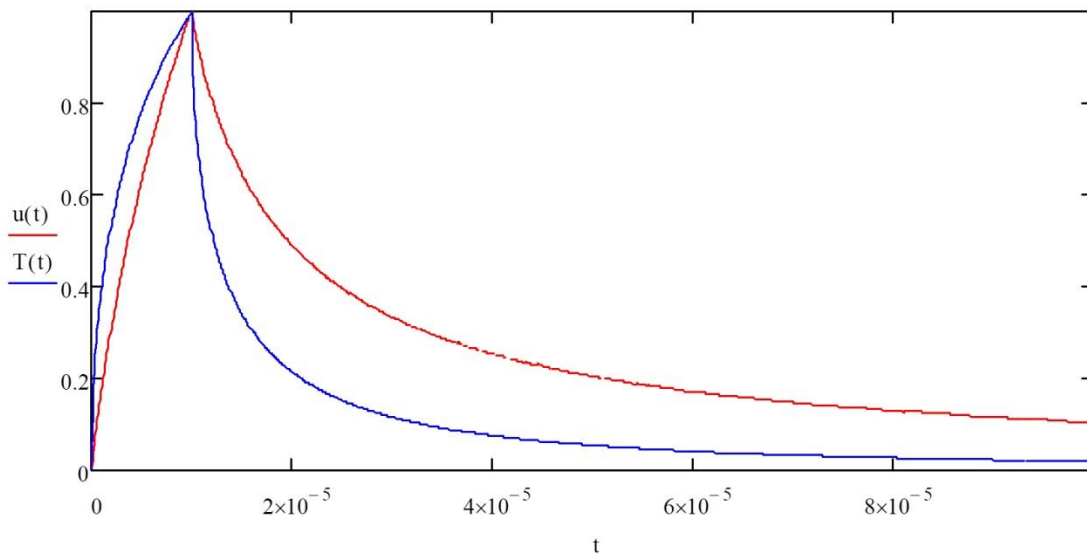


Рисунок 5.4 – Запаздывание термодформации $u_z(0, t)$ в центре пятна нагрева относительно изменения температуры $T(0, t)$. Длительность импульса нагрева

10 мкс, диаметр пятна нагрева 40 мкм, значение температуропроводности образца $10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$.

Если датчик будет воспринимать отражение только вблизи центра пятна нагрева, то сравнение регистрируемого сигнала с теоретическими зависимостями $T(0,t)$ и $u_z(0,t)$ даст информацию о соотношении термооптического и термоупругого эффектов для исследуемого образца.

5.4 Полупроводниковые образцы и их аттестация

Подготовка образцов была выполнена в Институте физики металлов имени М.Н. Михеева, г. Екатеринбург, Бобиным Семеном Борисовичем [93]. Все образцы были монокристаллическими и были выращены из расплава стандартным методом Бриджмена. Чтобы обеспечить *n*-тип проводимости, в качестве примеси в Ge использовалась сурьма, антимоид индия был легирован теллуrom. Подготовка образцов ZnSe:Ni, *n*-InSb и *n*-Ge для измерения термоотражения включала механическую обработку и аттестацию. Образцы имели форму прямоугольного параллелепипеда с характерными размерами 1x2x8 мм³. Для проведения экспериментов грани образцов последовательно подвергались шлифовке на шлифовальной бумаге с различной зернистостью от 1500 до 5000 grit и затем полировке на сушке с использованием алмазной пасты с размером частиц 1 мкм. Для аттестации образец *n*-Ge дополнительно подвергся финальной химической полировке в 10% растворе перекиси водорода с добавлением КОН. После промывки в дистиллированной воде и просушки на образце сначала вжигались контактные площадки методом градиентной жидкофазной эпитаксии, а затем припаивались электрические контакты. Припоем служило олово с примесью сурьмы (1 – 5) %. Токовые контакты целиком покрывали торцы образца, а зондовые имели диаметр (0,1 – 0,15) мм. Далее образец на кварцевой подложке помещался в печь и прогревался в течение (5 – 10) минут при 400 °С в атмосфере гелия для формирования контактов, затем медленно в течение (1,5 – 2) часов охлаждался до комнатной температуры. Полученные таким способом контакты были омическими и обладали доста-

точной механической прочностью. Затем к токовым и потенциальным контактам припаивались залуженные оловом медные провода диаметром 0.06 мм. Образец *n*-InSb после полировки травился с использованием полирующего травителя CP-4(M) в течение 5 минут. Припоем для *n*-InSb служил индий.

Для аттестации образцов *n*-InSb, *n*-Ge измерялись эффект Холла и электропроводность. Измерения проводились стандартным 4-х зондовым методом при комнатной температуре или температуре жидкого азота с разверткой по магнитному полю от -12 Тл до +12 Тл. Из полученных данных для *n*-Ge были оценены концентрация электронов $8 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ и удельное сопротивление 2 Ом·см при комнатной температуре. Для *n*-InSb концентрация электронов составила $2.4 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ при температуре жидкого азота, а их подвижность была $5.3 \cdot 10^5 \text{ см}^2 \cdot (\text{В} \cdot \text{с})^{-1}$. Результаты аттестации как по *n*-Ge, так и по *n*-InSb находятся в хорошем согласии с литературными данными, что свидетельствует о достаточно высоком качестве образцов. Образец ZnSe:Ni был выращен методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Концентрация примеси Ni в ZnSe определялась методом рентгеновского микроанализа и составила $2 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-3}$.

5.5 Результаты измерений тепловой релаксации на образцах металлов и полупроводников, сравнение с расчетной моделью

Эксперименты проводились на малоразмерных образцах металлов и полупроводников [66] с площадью поверхности от единиц до десятков квадратных миллиметров. Размер нагреваемого пятна на поверхности образца составлял до 100 мкм. При этом размер площадки измерения интерферометра EFPI в центре пятна нагрева соответствовал размеру моды одномодового световода около 10 мкм. Согласно оценкам, при нагреве гауссовым пучком на площадке в три раза больше площадки измерения средние значения температуры и деформации отличаются от действительных менее, чем на 10 %. Конструкция измерительной ячейки с пьезоэлектрическим приводом позволила проводить эксперименты в широкой области температур. После установки средней

температуры образца производилась настройка рабочей точки интерферометра. Затем подавалась серия импульсов нагрева с одновременным контролем сигнала интерферометра. Наблюдаемый на осциллографе сигнал содержал участок нагрева и охлаждения.

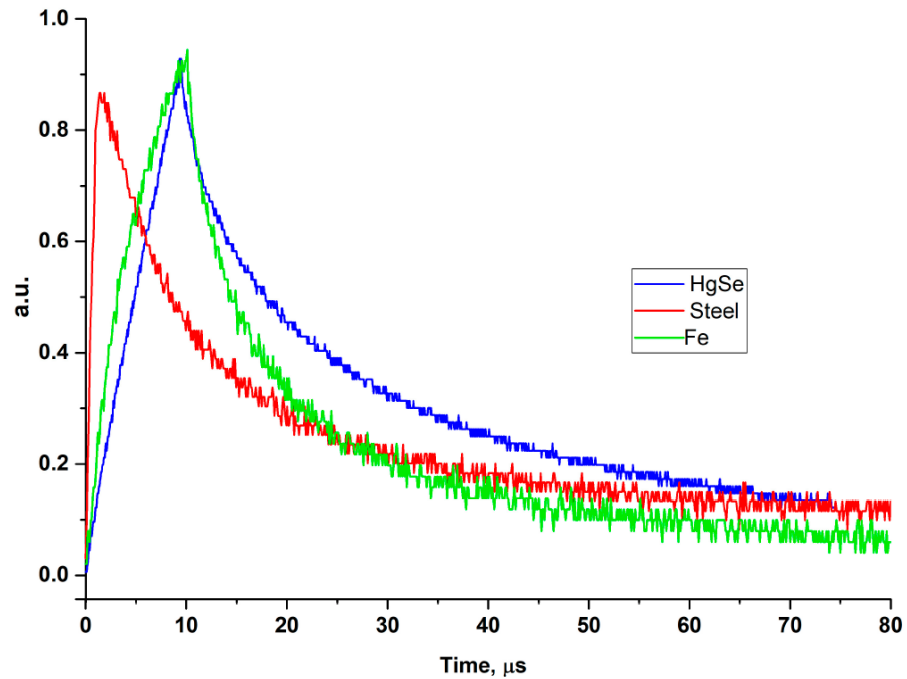


Рисунок 5.5 – Сигнал термоотражения для образцов металлов и полупроводников. Измерения проводились при комнатной температуре.

Амплитуда и скорость переходных процессов зависела от длительности нагревающего импульса, свойств образца и размера пятна нагрева. На рисунке 5.5 приведены характерные зависимости зарегистрированных сигналов для образцов металлов и полупроводников. Более высокие значения температуропроводности металлов способствуют более быстрым процессам релаксации тепла и, соответственно, большим значениям скорости изменения регистрируемых сигналов.

В используемой модели (п.п. 5.3) основное влияние на форму сигнала предполагается за счет изменений температуропроводности образца и размера нагреваемого участка. Деформации образца запаздывают относительно изменений температуры. Сопоставляя экспериментальные данные с модельными,

можно оценить влияние каждого фактора на формирование результирующего сигнала. На рисунке 5.6 приведены соответствующие зависимости, демонстрирующие преобладание механизма термодформаций в случае металлических образцов и суммарное действие в случае полупроводников.

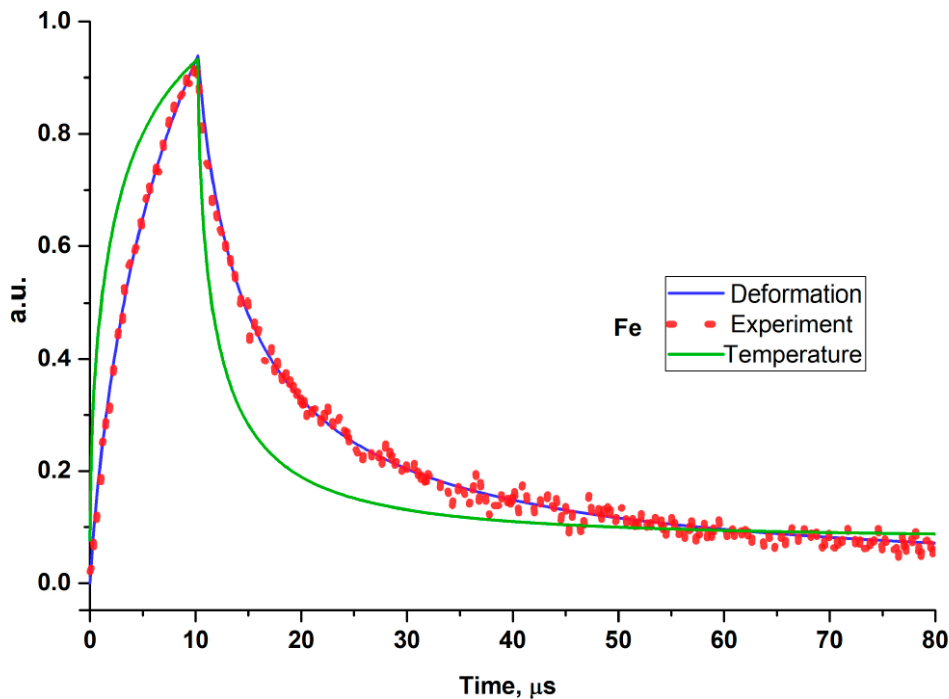


Рисунок 5.6 – Сравнение нормированных расчетных зависимостей изменения температуры и деформации в центре пятна нагрева с экспериментальными данными на образце Fe.

Эксперименты с различными материалами (рисунок 5.7) выявили сильную зависимость амплитуды регистрируемого сигнала от величины зазора между световодом и образцом в соответствии с моделью (п.п. 5.3.). Вместе с тем, относительные изменения зазора на линейном участке характеристики легко контролируются в опыте относительно положения базового уровня интерферометра. Абсолютная величина зазора может быть определена при анализе спектральной характеристики интерферометра на различных длинах волн зондирующего излучения. В данной работе проводились относительные измерения термооптического сигнала на одной длине волны. Кроме того,

амплитуда и форма сигнала зависели от относительного положения исследуемого участка на поверхности образца.

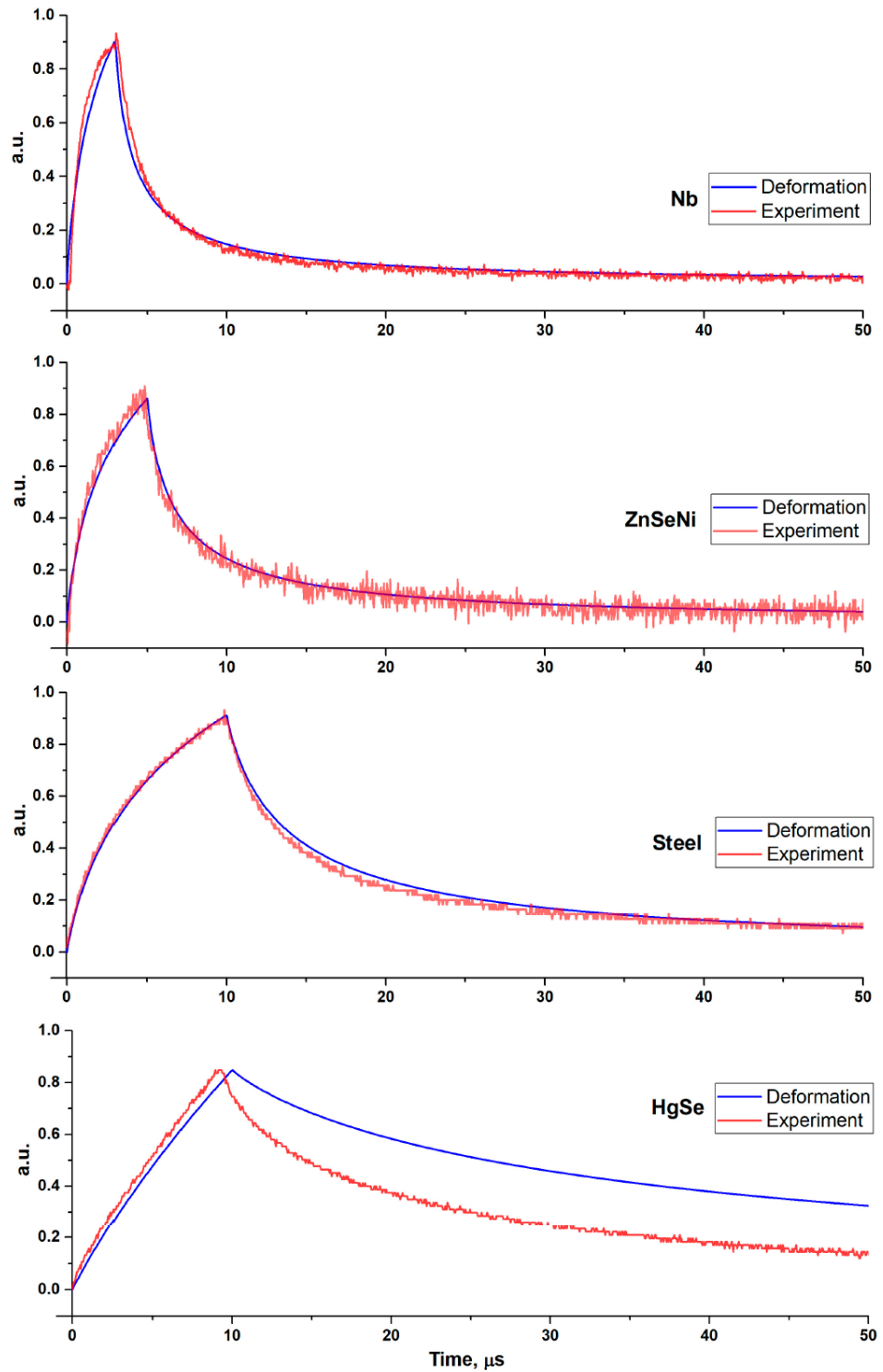


Рисунок 5.7 – Сравнение экспериментальных данных с расчетами по модели деформации.

Можно видеть, что термооптический сигнал несет информацию об изменении оптических и теплофизических свойств на поверхности образца.

Таблица 5.1

| Характеристика | Nb | ZnSe:Ni | Сталь | HgSe | Fe |
|---|----------------------|----------------------|-------------------|----------------------|---------------------|
| Стандартное отклонение, % | 2,192 | 3,341 | 1,593 | 8,935 | 2,068 |
| Критерий Пирсона | 0,9945 | 0,9856 | 0,9973 | 0,9062 | 0,996 |
| Температуропроводность, м ² /с | $2,48 \cdot 10^{-5}$ | $1,05 \cdot 10^{-5}$ | $4 \cdot 10^{-6}$ | $1,18 \cdot 10^{-6}$ | $2,2 \cdot 10^{-5}$ |

Статистические результаты для исследованных материалов представлены в таблице 5.1. Данные показывают соответствие предсказаний модели и экспериментальных данных. Для расчета стандартного отклонения проводился предварительный расчет разности значений деформации u_z и нормированного сигнала отражения для каждого интервала времени эксперимента. Затем для полученных данных рассчитывали стандартное отклонение, выраженное в процентах. Критерий Пирсона рассчитывался для двух дискретных наборов данных по деформации кривых u_z и экспериментальных данных.

Измерения на образцах полупроводников при криогенных температурах.

Для проведения экспериментов при азотных и гелиевых температурах была разработана специализированная ячейка с возможностью откачки воздуха, герметичным вводом оптоволоконного зонда и электрических линий. Схема экспериментальной установки показана на рисунке 5.8 [93]. Ячейка с образцом помещается в металлическую вакуумную трубку.

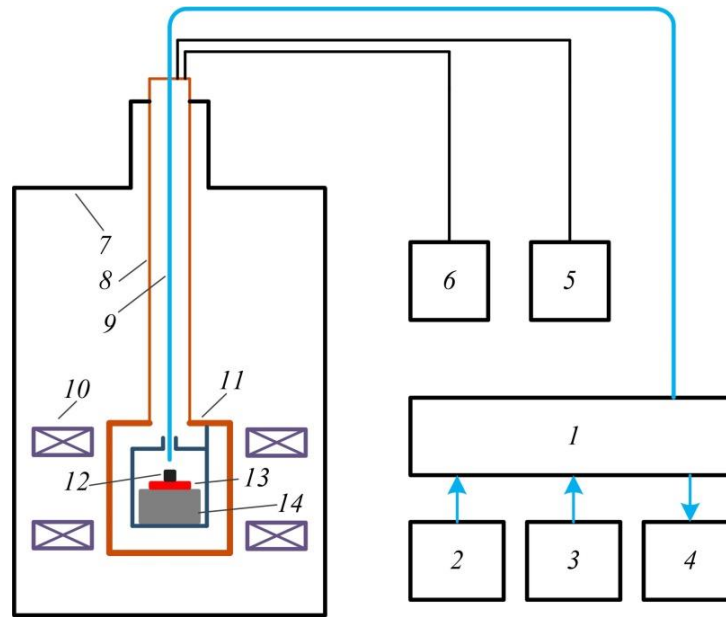


Рисунок 5.8 – Схема экспериментальной установки. 1 – оптоволоконный сумматор-делитель, 2 – источник излучения импульсной накачки, 3 – источник непрерывного зондирования, 4 – фотоприемник, 5 – вакуумный насос, 6 – источник высокого напряжения пьезоэлемента, 7 – корпус гелиевого криостата «Оксфорд», 8 – вакуумная трубка, 9 – волоконный одномодовый световод, 10 – сверхпроводящий соленоид, 11 – корпус измерительной ячейки, 12 – образец, 13 – электрический подогреватель, 14 – пьезоэлемент подстройки интерферометра.

Вакуумная трубка выполнена из нержавеющей стали. Ячейка внутри трубки закреплена на медном стержне, выполняющем функцию холодильника при погружении измерительной ячейки в криостат. Элементы внешнего корпуса арматуры и разъемы имеют герметичную конструкцию для проведения экспериментов с откачкой воздуха с помощью вакуумного насоса (5).

Изменение температуры охлажденного образца производилось специально разработанным локальным управляемым миниатюрным нагревателем (13) под образцом.

Полученные на установке (рисунок 5.8) экспериментальные данные для образцов ZnSe:Ni и *n*-InSb показаны на рисунке 5.9. Кривые имеют подобный вид для относительно высоких значений температуры (150 – 300) К. Результаты измерений на образце Ge показаны на рисунке 5.10.

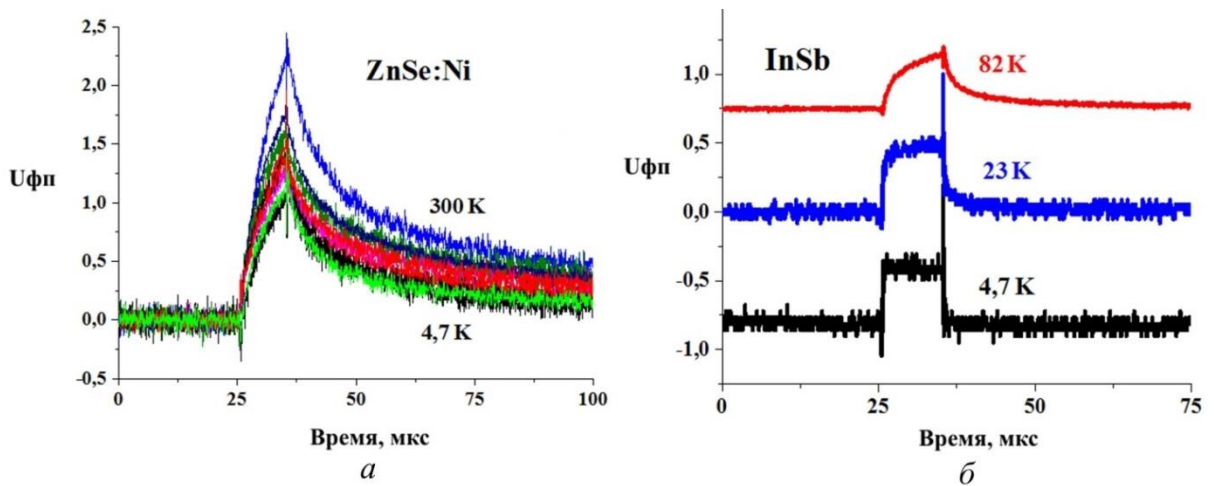


Рисунок 5.9 – Осциллограммы термооптических сигналов для образцов ZnSe:Ni (а) при температурах от 4,7 К до 300 К (нижняя кривая соответствует температуре 4,7 К; верхняя кривая - 300 К) и *n*-InSb (б) при температурах 4,7 К; 23 К; 82 К. Для *n*-InSb наблюдается трансформация формы сигнала с понижением температуры.

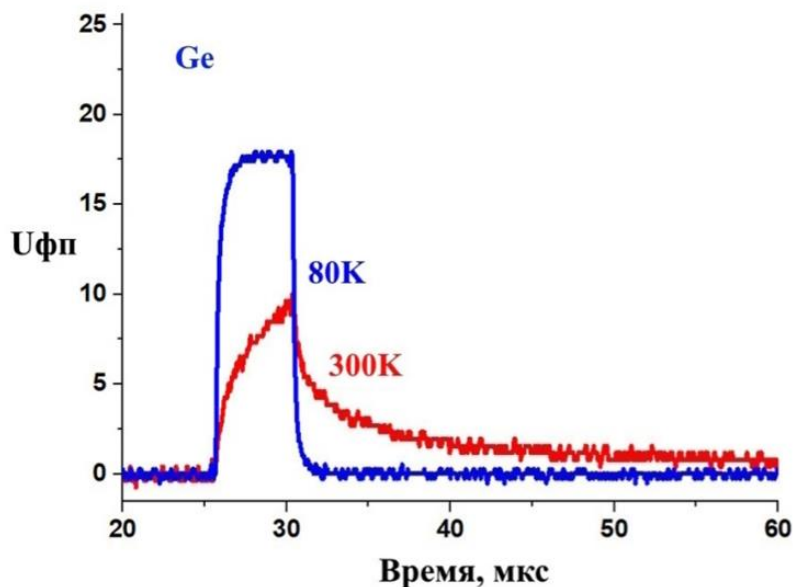


Рисунок 5.10 – Осциллограммы сигнала термоотражения от поверхности образца *n*-Ge при температурах 300К и 80К. Длительность импульса накачки 5 мкс, температура 12 К, длительность процесса релаксации в поле 10 - 15 мкс.

Участок нагрева имеет вид нарастающей монотонной аperiodической зависимости, характерный для экспериментов с импульсным лазерным нагревом материалов без фазовых и структурных превращений. Различие в теплофизических свойствах образцов проявляется как в амплитуде, так и в скорости протекания регистрируемых зависимостей термоотражения.

Однако в измеренном интервале температур (4,7 – 300) К подобная закономерность сохранялась только у образца ZnSe:Ni (рисунок 5.9 – а). Для образцов *n*-InSb с уменьшением температуры ниже 50 К (рисунок 5.9 – б) и *n*-Ge ниже 100 К (рисунок 5.10) наблюдалась постепенная трансформация сигнала к прямоугольному виду, повторяющему импульс накачки. При трансформации наблюдается суммарный сигнал с прямоугольной и аperiodической составляющими. Такое поведение может быть качественно истолковано как наложение тепловых и фотоэлектронных явлений.

Таким образом, можно сделать следующие выводы: исследования временных, температурных зависимостей термооптических сигналов для полупроводниковых материалов ZnSe:Ni, *n*-InSb и *n*-Ge с разной шириной запрещенной зоны показали различные результаты вследствие наложения тепловых и фотоэлектронных явлений с различным временем релаксации.

Выводы по главе 5

Разработана оптоволоконная установка для исследования процессов температурной релаксации отражающих поверхностей металлов и полупроводников. Установка реализована на основе компактной оптоволоконной схемы с одновременной подачей нагревающего и зондирующего излучений по одному одномодовому световоду. Опробована структура оптоволоконной оптики в схеме «накачка-зондирование» с внешним интерферометром Фабри-Перо для быстродействующего термооптического контроля тепловых процессов при импульсном лазерном нагреве. Регулировка зазора ИФП (EFPI) позволила изменять размер площадки нагрева до 50 мкм при постоянном размере площадки измерений около 10 мкм в центре пятна нагрева. Проведены опыты на металлических и полупроводниковых

образцах. Проведено моделирование процесса термоупругой деформации при импульсном облучении лазерным пучком гауссовой формы. Проведенное сравнение экспериментальных данных с моделирующими расчетами показало соответствие регистрируемого сигнала временным зависимостям термодформаций в случае металлических образцов. В случае полупроводников обнаружено более сложное сочетание термооптических эффектов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках диссертационной работы были усовершенствованы и разработаны новые методы, радиотехнические и оптические средства, примененные для развития трех направлений экспериментальных теплофизических исследований.

Ставшее уже традиционным для Института теплофизики УрО РАН и других исследовательских лабораторий направление по нестационарному нагреву проволочного зонда получило новую реализацию в виде цифрового устройства с возможностью тонкой регулировки тепловых режимов. С появлением разработанного устройства стало возможным проведение опытов по методу компенсационного нагрева, в результате достигнута чувствительность 10^{-3} к изменению относительного коэффициента теплоотдачи зонда к жидкости на миллисекундных интервалах времени.

Опыты в стеклянном капилляре миниатюрной пузырьковой камеры по изучению явления перегрева, жидкостей считаются классическими. Объединение на торце оптоволоконного зонда чувствительного интерферометрического датчика и импульсного активирующего излучения позволило впервые получить данные о динамике роста одиночного парового пузыря на твердой границе световод-жидкость, начиная с первых микросекунд процесса фазового перехода.

Совместив принцип «накачка-зондирование» с волоконно-оптической системой, был получен новый инструмент изучения тепловых и электронных процессов на поверхности твердых непрозрачных образцов с микрометрической локализацией. Особенности распространения излучения в оптическом зазоре между образцом и световодом позволили экспериментально наблюдать слабые эффекты термической деформации при импульсном лазерном нагреве малых образцов, которые трудно зафиксировать другими способами. **Основным** итогом диссертационной работы автор считает возможность приложения разработанной техники и методов к современным теплофизическим исследованиям, в частности для изучения нестационарных и неравновесных тепловых процессов в конденсированных средах.

Основные результаты исследования

1. Разработано и изготовлено устройство с цифровым управлением для измерения относительного коэффициента теплоотдачи и исследования малоразмерных тепловых эффектов по методу двухимпульсного нагрева проволочного зонда. Устройство позволяет производить контролируемый нагрев зонда двумя импульсами постоянного тока регулируемой амплитуды до 5 А с шагом регулировки 0,1 мА (разрешение 10^{-4}). Малый шаг регулировки тока, а также стабильность условий нагрева, обеспечили высокую чувствительность к изменениям среднего относительного коэффициента теплоотдачи при малых добавках ($10^{-5} \dots 10^{-4}$) водных примесей в образцах углеводородов. Цифровая настройка параметров импульсного эксперимента позволила провести подбор условий нагрева для обеспечения высокой чувствительности при определении начала фазового перехода по механизму жидкость-жидкость для серии образцов расслаивающихся растворов.

2. Разработана оптоэлектронная схема «накачка-зондирование» для проведения импульсных экспериментов с лазерным воздействием на образец и одновременным считыванием отклика через один оптоволоконный зонд. Разработан и апробирован импульсный лазерный источник с цифровым управлением, обеспечивающий генерацию импульсов длительностью 1–100 нс, с шагом регулировки в 1 нс. Регулировку интенсивности в диапазоне от 50 мВт до 16 Вт с погрешностью установки в $\pm 1,5$ %. Разработан и изготовлен фотодетектор с коэффициентом передачи 100 мВ/мкВт, порогом чувствительности 200 нВт, цифровой компенсацией постоянной составляющей до 1 мВт и полосой пропускания в 100 МГц.

3. Разработанные оптоэлектронные устройства применены в установке с миниатюрной пузырьковой камерой для исследования активированного вскипания перегретой жидкости. Получены данные о пороге активации вскипания перегретого *n*-пентана на торце кварцевого световода в диапазоне температур перегрева 80–140 °С. Методом доплеровской велосиметрии впервые проведены измерения скорости смещения границы паровой фазы после активации вскипания.

4. Разработана компактная оптоволоконная установка импульсного лазерного нагрева и считывания отраженного излучения на поверхности твердых образ-

цов по принципу «накачка-зондирование». Проведены исследования изменения интенсивности отражения зондирующего излучения после локального импульсного нагрева (термоотражения) на образцах металлов и полупроводников в широкой области температур. Выполнены расчеты зависимостей температуры и деформации в центре пятна нагрева от времени при импульсном облучении поверхности лазерным пучком с гауссовым распределением мощности. Показано соответствие результатов расчетов по термодиформационной модели и экспериментальных данных для металлических образцов. Для полупроводниковых образцов выявлено различие данных эксперимента с моделью, которое, предположительно, объясняется дополнительным вкладом неравновесного поверхностного заряда в термооптический сигнал.

Рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы

Можно выделить основные пути развития по трем направлениям исследований:

1. Применение устройства импульсного нагрева проволочного зонда для исследования тепловых эффектов малых добавок воды в технические жидкости, а также применение устройства в составе промышленного оборудования для мониторинга состояния расслаивающихся растворов в составе оборудования химического синтеза противотурбулентных присадок.
2. Выяснение механизма действия импульсного светового излучения малой энергии на динамику процесса разрушения перегретого состояния жидкости.
3. Определение вклада эффекта накопления и релаксации поверхностного заряда на формирование фототермического сигнала в образцах полупроводников при низких температурах.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

| | |
|-----------|---|
| q | тепловой поток |
| t | время |
| R | сопротивление / коэффициент отражения |
| T | температура |
| ppm | одна миллионная доля |
| U | напряжение |
| D | кодированное значение АЦП, ЦАП / дисперсия |
| u | неопределенность / величина термомодеформации |
| k | коэффициент усиления |
| b | уровень постоянного смещения |
| λ | длина волны |
| N | кодированное значение в регистрах счетчиков, числовая апертура |
| f, F | частота |
| a | температуропроводность / параметр временного сдвига подсистемы ПЛИС |
| a_t | коэффициент линейного теплового расширения |
| P, W | мощность |
| n | показатель преломления / число показаний |
| V | скорость |
| L | зазор интерферометра |
| I | интенсивность излучения |
| φ | сдвиг фазы излучения |
| ω | радиус гауссова светового пучка |
| η | коэффициент ослабления излучения |
| τ | длительность импульса излучения |
| E | энергия импульса |

| | |
|-------|---|
| ν | коэффициент Пуассона |
| S | среднеквадратическое отклонение |
| | Подстрочные индексы: |
| н | зонд (проволочный нагреватель) |
| сп | исследуемая среда (жидкость) |
| р | потенциометр |
| ГТ | генератор тока |
| 0 | начальное состояние |
| adc | АЦП |
| т | измерительный тракт |
| d | задержка |
| clk | частота тактирования |
| D | доплеровское смещение частоты |
| liq | жидкость |
| vap | пар |
| min | минимум |
| max | максимум |
| | Принятые сокращения |
| ОУ | операционный усилитель |
| К | компаратор |
| Т | транзистор |
| АЦП | аналого-цифровой преобразователь |
| ИОН | источник опорного напряжения |
| TTR | transient thermoreflectance (нестационарное термоотражение) |
| TDTR | time-domain thermoreflectance (термоотражение во временной области) |
| РУ | регулируемый усилитель |
| ТР | триггер |

| | |
|--------------|---|
| AMUX | аналоговый мультиплексор |
| МК | микроконтроллер |
| МОП | структура металл-оксид-полупроводник |
| ИП | источник питания |
| ПК | персональный компьютер |
| С | сумматор-мультиплексор |
| СД | спектральный делитель |
| ОЦ | оптический циркулятор |
| EDFA | волоконно-оптический усилитель |
| СнК | система на кристалле |
| ПЛИС | программируемая логическая интегральная схема |
| ЗУ | запоминающее устройство |
| ФАПЧ | фазовая автоподстройка частоты |
| CNT | счетчик |
| GaN | нитрид галлия |
| SPI | последовательный интерфейс передачи данных |
| EFPI, ИФП | интерферометр Фабри-Перо |

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Скрипов В.П. Метастабильная жидкость / В.П. Скрипов. – Из-во «Наука». – Москва, 1972. – 312 с.
2. Скрипов П.В. Спонтанное вскипание высокомолекулярных систем при импульсном нагреве : диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук : 01.04.14 / П.В. Скрипов. – Екатеринбург: Институт теплофизики УрО РАН, 1999. – 268 с.
3. Starostin A.A. Investigation of not fully stable fluids by the method of controlled pulse heating. 2. Short-term thermal stability of polymethyl metacrylate / A.A. Starostin, S.E. Puchinskis, V.P. Efremov, P.V. Skripov // *Thermochemica Acta*. – 2015. – Vol. 609. – P. 31-35.
4. Opsal J. Thermal-wave detection and thin-film thickness measurements with laser beam deflection / J. Opsal, A. Rosencwaig, D.L. Willenborg // *Applied Optics*. – 1983. – Vol. 22. – № 20. – P. 3169.
5. Regner K.T. Broadband phonon mean free path contributions to thermal conductivity measured using frequency domain thermoreflectance / K.T. Regner, D.P. Sellan, Z. Su, C.H. Amon, A.J.H. McGaughey, J.A. Malen // *Nature Communications*. – 2013. – Vol. 4. – № 1. – P. 1640.
6. Extremely anisotropic van der Waals thermal conductors / S.E. Kim [et al.] // *Nature*. – 2021. – Vol. 597. – № 7878. – P. 660-665.
7. Angstrom A.J. Neue Methode, das Wärmeleitungsvermögen der Körper zu bestimmen / A.J. Angstrom // *Annalen der Physik*. – 1861. – Vol. 513. – № 12. – P. 513-530.
8. Платунов Е.С. Теплофизические измерения / Е.С. Платунов, И.В. Баранов, С.Е. Буравой, В.В. Курепин. – Санкт-Петербург: СПбГУНиПТ, 2010. – 738 с.
9. Гуров А.В. Измерение теплофизических свойств теплоизоляционных материалов методом плоского «мгновенного» источника теплоты / А.В. Гуров, С.В. Пономарев. – Тамбов: ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2013. – 99 с.
10. Филиппов Л.П. Измерения теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева / Л.П. Филиппов. – Москва: Энергоатомиздат, 1984. – 104 с.
11. Parker W.J. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity / W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler, G.L. Abbott // *Journal of Applied Physics*. – 1961. – Vol. 32. – № 9. – P. 1679-1684.
12. Скрипов В.П. Теплообмен с углекислотой вдоль закритических изотерм при свободной конвекции / В.П. Скрипов, В.И. Поташев // *Инженерно-физический журнал*. – 1962. – Т. 5. – № 2. – С. 30-34.
13. Assael M.J. Historical Evolution of the Transient Hot-Wire Technique / M.J. Assael, K.D. Antoniadis, W.A. Wakeham // *International Journal of Thermophysics*. – 2010. – Vol. 31. – № 6. – P. 1051-1072.

14. Павлов П.А. Вскипание жидкости при импульсном нагреве. 1. Методика эксперимента с тонкими проволочками / П.А. Павлов, В.П. Скрипов // Теплофизика высоких температур. – 1965. – Т. 3. – № 1. – С. 109-114.
15. Скрипов П.В. Оценка термоустойчивости полимерных жидкостей методом импульсного нагрева / П.В. Скрипов, А.А. Старостин, Д.В. Волосников // ЖТФ. – 1999. – Т. 69. – № 12.
16. Шангин В.В. Влияние микроколичеств влаги на кратковременную термоустойчивость масел / В.В. Шангин, А.А. Волосников, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Тепловые процессы в технике. – 2013. – Т. 5. – № 9. – С. 424-432.
17. Lukynov K.V. Heat transfer under high-power heating of liquids. 4. The effect of water admixtures on the heat transfer in superheated hydrocarbons / K.V. Lukynov, A.A. Starostin, P.V. Skripov // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2017. – Vol. 106. – P. 657-665.
18. Шангин В.В. Импульсное тепловое тестирование жидкости как метод обнаружения летучих примесей в маслах энергетического оборудования / В.В. Шангин. – Екатеринбург: Уральский Федеральный Университет, 2014. – 154 с.
19. Lukianov K.V. Heat transfer enhancement in superheated hydrocarbons with traces of water: the effect of pressure / K.V. Lukianov, A.N. Kotov, A.A. Starostin, P.V. Skripov // Interfacial Phenomena and Heat Transfer. – 2019. – Vol. 7. – № 3. – P. 283-294.
20. Павлов П.А. Динамика вскипания сильно перегретых жидкостей / П.А. Павлов. – Свердловск: УрО АН СССР, 1988. – 243 с.
21. Borkent B.M. Nucleation threshold and deactivation mechanisms of nanoscopic cavitation nuclei / B.M. Borkent, S. Gekle, A. Prosperetti, D. Lohse // Physics of Fluids. – 2009. – Vol. 21. – № 10. – P. 102003.
22. George S.D. Minireview: Laser-Induced Formation of Microbubbles—Biomedical Implications / S.D. George, S. Chidangil, D. Mathur // Langmuir. – 2019. – Vol. 35. – Minireview. – № 31. – P. 10139-10150.
23. Skripov P. Thermophysical Properties of Liquids in Not Fully Stable States—From the First Steps to the Current Trends / P. Skripov // Energies. – 2022. – Vol. 15. – № 12. – P. 4440.
24. Rayleigh, Lord. On the pressure developed in a liquid during the collapse of a spherical cavity / Lord Rayleigh // The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science. – 1917. – Vol. 34. – № 200. – P. 94-98.
25. Plesset M.S. The Growth of Vapor Bubbles in Superheated Liquids / M.S. Plesset, S.A. Zwick // Journal of Applied Physics. – 1954. – Vol. 25. – № 4. – P. 493-500.
26. Forster H.K. Growth of a Vapor Bubble in a Superheated Liquid / H.K. Forster, N. Zuber // Journal of Applied Physics. – 1954. – Vol. 25. – № 4. – P. 474-478.
27. Mikic B.B. On bubble growth rates / B.B. Mikic, W.M. Rohsenow, P. Griffith // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 1970. – Vol. 13. – № 4. – P. 657-666.

28. Гасанов Б.М. О механизме кипения эмульсии «масло в воде» / Б.М. Гасанов // Теплофизика высоких температур. – 2022. – Т. 60. – № 1. – С. 76-80.
29. Липнягов Е.В. Изучение центров вскипания н-пентана с помощью скоростной видеосъемки в двух взаимно перпендикулярных направлениях / Е.В. Липнягов, М.А. Паршакова, Г.В. Ермаков // Теплофизика и аэромеханика. – 2013. – Т. 20. – № 5.
30. Surtaev A. Explosive Vaporization of Ethanol on Microheater during Pulse Heating / A. Surtaev, I. Malakhov, V. Serdyukov // Heat Transfer Engineering. – 2023. – Vol. 44. – № 6. – P. 502-511.
31. Кузнецов В.В. Применение оптических методов для исследования управляемого распада метастабильной жидкости / В.В. Кузнецов, И.А. Козулин // ИТ СО РАН. – 2011.
32. Адамова Т.П. Самопроизвольное (спонтанное) вскипание затопленных струй, генерируемых при коллапсе паровых пузырьков / Т.П. Адамова, В.М. Чудновский, Д.С. Елистратов // Письма в журнал технической физики. – 2022. – Т. 48. – № 1. – С. 19.
33. Avdeev M.V. The fibre optic reflectometer: A new and simple probe for refractive index and phase separation measurements in gases, liquids and supercritical fluids / M.V. Avdeev, A.N. Konovalov, Viktor.N. Bagratashvili, V.K. Popov, S.I. Tsykina, M. Sokolova, J. Ke, M. Poliakoff // Physical Chemistry Chemical Physics. – 2004. – Vol. 6. – The fibre optic reflectometer. – № 6. – P. 1258.
34. Arvengas A. Fiber optic probe hydrophone for the study of acoustic cavitation in water / A. Arvengas, K. Davitt, F. Caupin // Review of Scientific Instruments. – 2011. – Vol. 82. – № 3. – P. 034904.
35. Lim H.-J. Bubble velocity, diameter, and void fraction measurements in a multiphase flow using fiber optic reflectometer / H.-J. Lim, K.-A. Chang, C.B. Su, C.-Y. Chen // Review of Scientific Instruments. – 2008. – Vol. 79. – № 12. – P. 125105.
36. Ke J. New phase equilibrium analyzer for determination of the vapor-liquid equilibrium of carbon dioxide and permanent gas mixtures for carbon capture and storage / J. Ke, A.J. Parrott, Y. Sanchez-Vicente, P. Fields, R. Wilson, T.C. Drage, M. Poliakoff, M.W. George // Review of Scientific Instruments. – 2014. – Vol. 85. – № 8. – P. 085110.
37. Gurashkin A.L. Experimental determination of superheated liquid density by the optical fiber method / A.L. Gurashkin, A.A. Starostin, A.A. Uimin, A.D. Yampol'skiy, G.V. Ermakov, P.V. Skripov // Journal of Engineering Thermophysics. – 2013. – Vol. 22. – № 3. – P. 194-202.
38. Гурашкин А.Л. Оптические исследования начальной стадии спонтанного вскипания / А.Л. Гурашкин // Письма в ЖТФ. – 2013. – Т. 39. – № 16. – С. 87-94.
39. Gurashkin A.L. Communication: High speed optical investigations of a character of boiling-up onset / A.L. Gurashkin, A.A. Starostin, G.V. Ermakov, P.V. Skripov // The Journal of Chemical Physics. – 2012. – Vol. 136. – Communication. – № 2. – P. 021102.

40. Гурашкин А.Л. Импульсная активация вскипания перегретой жидкости лазерным излучением / А.Л. Гурашкин, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Письма в журнал технической физики. – 2020. – Т. 46. – № 12. – С. 47.
41. Paddock C.A. Transient thermorefectance from thin metal films / C.A. Paddock, G.L. Eesley // Journal of Applied Physics. – 1986. – Vol. 60. – № 1. – P. 285-290.
42. Sandell S. Thermorefectance techniques and Raman thermometry for thermal property characterization of nanostructures / S. Sandell, E. Chávez-Ángel, A. El Sachat, J. He, C.M. Sotomayor Torres, J. Maire // Journal of Applied Physics. – 2020. – Vol. 128. – № 13. – P. 131101.
43. Jiang P. Tutorial: Time-domain thermorefectance (TDTR) for thermal property characterization of bulk and thin film materials / P. Jiang, X. Qian, R. Yang // Journal of Applied Physics. – 2018. – Vol. 124. – Tutorial. – № 16. – P. 161103.
44. Kim D. Laser Scanning Confocal Thermorefectance Microscope for the Backside Thermal Imaging of Microelectronic Devices / D. Kim, C. Jeong, J. Kim, K.-S. Lee, H. Hur, K.-H. Nam, G. Kim, K. Chang // Sensors. – 2017. – Vol. 17. – № 12. – P. 2774.
45. Zhu J. The Ultrafast Laser Pump-Probe Technique for Thermal Characterization of Materials With Micro/Nanostructures / J. Zhu, X. Wu, D.M. Lattery, W. Zheng, X. Wang // Nanoscale and Microscale Thermophysical Engineering. – 2017. – Vol. 21. – № 3. – P. 177-198.
46. Yuan C. Nanosecond transient thermorefectance method for characterizing anisotropic thermal conductivity / C. Yuan, W.M. Waller, M. Kuball // Review of Scientific Instruments. – 2019. – Vol. 90. – № 11. – P. 114903.
47. Soni A. A methodology for nanosecond (or better) time resolved thermorefectance imaging with coherence control of laser pulses / A. Soni, V.M. Sundaram, S.-B. Wen // Applied Physics Letters. – 2013. – Vol. 102. – № 20. – P. 203112.
48. Лукьянов К.В. Метод импульсного нагрева проволочного зонда для исследования особенностей теплоотдачи к предельным углеводородам с примесью воды / К.В. Лукьянов. – Екатеринбург: Уральский Федеральный Университет, 2022. – 129 с.
49. Starostin A. Digital device for thermophysical measurements by wire probe / A. Starostin, K. Luk'yanov, A. Kotov, P. Skripov, D. Volosnikov // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – Vol. 1327. – № 1. – P. 012031.
50. Котов А.Н. Устройство для контролируемого импульсного теплового воздействия на вещество / А.Н. Котов, К.В. Лукьянов, В.Н. Сафонов, А.А. Старостин, В.В. Шангин // Приборы и техника эксперимента. – 2020. – № 6. – С. 133-134.
51. Лукьянов К.В. Импульсно-тепловой контроль летучих примесей в диэлектрических технологических жидкостях / К.В. Лукьянов, А.Н. Котов, А.А. Старостин // Датчики и системы. – 2014. – № 10. – С. 46-49.
52. Котов А.Н. Мониторинг качества масел и топлив по их тепловой прочности / А.Н. Котов, В.Н. Сафонов, А.А. Старостин, В.В. Шангин, Е.М. Шлеймович, П.В. Скрипов // Инженерная экология. – 2021. – № 2021. – С. 170.

53. Поволоцкий И.И. Теплоотдача к неидеальным растворам в процессах импульсного тепловыделения / И.И. Поволоцкий. – Екатеринбург: Уральский Федеральный Университет, 2022. – 102 с.
54. AD8610 Datasheet and Product Info | Analog Devices [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.analog.com/en/products/ad8610.html> (дата обращения: 30.01.2024).
55. DAC8531 data sheet, product information and support | TI.com [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.ti.com/product/DAC8531> (дата обращения: 30.01.2024).
56. AD823A Datasheet and Product Info | Analog Devices [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.analog.com/en/products/ad823a.html> (дата обращения: 30.01.2024).
57. AD5543 Datasheet and Product Info | Analog Devices [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.analog.com/en/products/ad5543.html> (дата обращения: 30.01.2024).
58. AD7685 Datasheet and Product Info | Analog Devices [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.analog.com/en/products/ad7685.html> (дата обращения: 30.01.2024).
59. ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008. Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения : межгосударственный стандарт : издание официальное : внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии : принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. N 101-п) : Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 12 сентября 2017 г. N 1065-ст введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2018 г. : введен впервые : Дата введения 2018-09-01 / Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/IEC Guide 98.3:2008. – Москва: Стандартинформ, 2018.
60. Шумкова Д.Б. Специальные волоконные световоды: Учебное пособие / Д.Б. Шумкова, А.Е. Левченко. – Пермь: Издательство ПНИПУ, 2011. – 178 с.
61. Жукова Л.В. Волоконные световоды для среднего инфракрасного диапазона / Л.В. Жукова, А.С. Корсаков, А.Е. Львов, Д.Д. Салимгареев. – Екатеринбург: УМЦ УПИ, 2016. – 247 с.
62. Дмитриев С.А. Волоконно-оптическая техника: современное состояние и новые перспективы / С.А. Дмитриев, Н.Н. Слепов. – 3. – Москва: Техносфера, 2010. – 608 с.
63. Иванов В.И. Спектральное уплотнение ВОЛС / В.И. Иванов. – Самара: Издательство ПГУТИ, 2010. – 174 с.
64. Goure J.P. Optical Fibre Devices (Series in Optics and Optoelectronics) 1st Edition / J.P. Goure, I. Verrier. – UK: CRC Press, 2015. – 269 p.
65. Kotov A.N. Nucleation of a Vapor Phase and Vapor Front Dynamics Due to Boiling-Up on a Solid Surface / A.N. Kotov, A.L. Gurashkin, A.A. Starostin, K.V. Lukianov, P.V. Skripov // Energies. – 2023. – Vol. 16. – № 19. – P. 6966.

66. Kotov A.N. Thermo-Optical Measurements and Simulation in a Fibre-Optic Circuit Using an Extrinsic Fabry–Pérot Interferometer under Pulsed Laser Heating / A.N. Kotov, A.A. Starostin, V.I. Gorbatov, P.V. Skripov // *Axioms*. – 2023. – Vol. 12. – № 6. – P. 568.
67. Starostin A.A. Laser Pump-Probe Fiber-Optic Technique for Characterization of Near-Surface Layers of Solids: Development and Application Prospects for Studying Semiconductors and Weyl Semimetals / A.A. Starostin, V.V. Shangin, A.T. Lonchakov, A.N. Kotov, S.B. Bobin // *Annalen der Physik*. – 2020. – Vol. 532. – № 8. – P. 1900586.
68. Kotov A.N. Low-energy activation of superheated n-pentane boiling-up by laser pulse at the fiber-liquid interface / A.N. Kotov, A.L. Gurashkin, A.A. Starostin, P.V. Skripov // *Interfacial Phenomena and Heat Transfer*. – 2022. – Vol. 10. – № 3. – P. 15-23.
69. Авеста-Проект - OD-007BFC. Фотоприёмник с фотодиодным включением [Электронный ресурс]. – URL: <https://avesta.ru/product/od-007bfc-fotopriyomnik-s-fotodiodnym-vklyucheniem/> (дата обращения: 10.02.2024).
70. LMG1020 data sheet, product information and support | TI.com [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.ti.com/product/LMG1020> (дата обращения: 01.11.2023).
71. EPC2019 [Электронный ресурс]. – URL: <https://epc-co.com/epc/products/gan-fets-and-ics/epc2019> (дата обращения: 11.02.2024).
72. Glaser J. How GaN Power Transistors Drive High-Performance Lidar: Generating ultrafast pulsed power with GaN FETs / J. Glaser // *IEEE Power Electronics Magazine*. – 2017. – Vol. 4. – How GaN Power Transistors Drive High-Performance Lidar. – № 1. – P. 25-35.
73. Ежов В. Система на кристалле SmartFusion2 от Microsemi: оптимальное решение для Интернета вещей / В. Ежов // *Electronics: science, technology, business*. – 2019. – Т. 185. – Система на кристалле SmartFusion2 от Microsemi. – № 4. – С. 46-49.
74. Иоффе Д. Smartfusion2 и igloo2 - надежные, экономичные, компактные. Обзор новых семейств ПЛИС корпорации microsemi / Д. Иоффе, А. Казаков // *Компоненты и Технологии*. – 2014. – № 5. – С. 87-90.
75. Lonchakov A.T. Study of the mercury chalcogenide single crystals by means of a combination of laser pump-probe thermoreflectance technique with Fabry–Pérot interferometer / A.T. Lonchakov, A.A. Starostin, V.V. Shangin, S.B. Bobin, A.N. Kotov // *Journal of Applied Physics*. – 2023. – Vol. 133. – № 20. – P. 205701.
76. Байдаков В.Г. Акустическая кавитация в сильно перегретой жидкости / В.Г. Байдаков, А.М. Каверин, В.П. Скрипов // *Акустический журнал*. – 1981. – Т. 27. – № 5. – С. 697-703.
77. Перминов С.А. Вскипание перегретой воды и водных растворов под действием ультразвука / С.А. Перминов, Г.В. Ермаков // *Теплофизика и аэромеханика*. – 2010. – Т. 17. – № 1.
78. Leal L. Dynamic activation of single vapor embryo growth: analyses of thermal and momentum inertia effects / L. Leal, P. Lavieille, F. Pigache, F. Topin, L.

- Tadrist, M. Miscevic // *Interfacial Phenomena and Heat Transfer*. – 2014. – Vol. 2. – Dynamic activation of single vapor embryo growth. – № 2. – P. 139-154.
79. Hammer D.X. Experimental investigation of ultrashort pulse laser-induced breakdown thresholds in aqueous media / D.X. Hammer, R.J. Thomas, G.D. Noojin, B.A. Rockwell, P.K. Kennedy, W.P. Roach // *IEEE Journal of Quantum Electronics*. – 1996. – Т. 32. – № 4. – С. 670-678.
80. Ermakov G.V. Classical theory of homogeneous nucleation in superheated liquids and its experimental verification / G.V. Ermakov, E.V. Lipnyagov, S.A. Perminov // *Thermophysics and Aeromechanics*. – 2012. – Vol. 19. – № 4. – P. 667-678.
81. Zubalic E. Interferometric Fiber Optic Probe for Measurements of Cavitation Bubble Expansion Velocity and Bubble Oscillation Time / E. Zubalic, D. Vella, A. Babnik, M. Jezeršek // *Sensors*. – 2023. – Vol. 23. – № 2. – P. 771.
82. Vinogradov V.E. Rate of Bubble Growth at Limiting Superheats of a Stretched Liquid / V.E. Vinogradov, P.A. Pavlov // *Heat Transfer Research*. – 2007. – Vol. 38. – № 5. – P. 389-398.
83. Котов А.Н. Установка для терморекфлектометрии полупроводниковых материалов в сильном магнитном поле при низких температурах / А.Н. Котов, А.А. Старостин, В.В. Шангин, С.Б. Бобин, А.Т. Лончаков // *Приборы и техника эксперимента*. – 2023. – № 4. – С. 89-91.
84. Лончаков А.Т. Терморекфлектометрия монокристаллов селенида ртути в диапазоне 35-300 К в оптоволоконной схеме накачка-зондирование с интерферометром Фабри-Перо / А.Т. Лончаков, С.Б. Бобин, А.Н. Котов, А.А. Старостин, В.В. Шангин // *Письма в журнал технической физики*. – 2023. – Т. 49. – № 3. – С. 11-14.
85. Старостин А.А. Применение торцевого оптоволоконного датчика для термооптических исследований / А.А. Старостин, А.Л. Гурашкин, А.Н. Котов, В.В. Шангин // *ФОТОН-ЭКСПРЕСС*. – 2023. – № 6. – С. 306.
86. Ландсберг Г.С. Оптика: учебное пособие / Г.С. Ландсберг. – 6. – Москва: Физматлит, 2010. – 848 с.
87. Liokumovich L. Utilization of extrinsic Fabry-Perot interferometers with spectral interferometric interrogation for microdisplacement measurement / L. Liokumovich, A. Markvart, N. Ushakov // *Journal of Electronic Science and Technology*. – 2020. – Vol. 18. – № 1. – P. 100030.
88. Ushakov N. Resolution limits of extrinsic Fabry-Perot interferometric displacement sensors utilizing wavelength scanning interrogation / N. Ushakov, L. Liokumovich // *Applied Optics*. – 2014. – Vol. 53. – № 23. – P. 5092.
89. Chin K.K. Fabry-Perot diaphragm fiber-optic sensor / K.K. Chin, Y. Sun, G. Feng, G.E. Georgiou, K. Guo, E. Niver, H. Roman, K. Noe // *Applied Optics*. – 2007. – Vol. 46. – № 31. – P. 7614.
90. Котов А.Н. Применение торцевого оптоволоконного датчика для термооптических исследований / А.Н. Котов, А.Л. Гурашкин, А.А. Старостин, В.В. Шангин // *Прикладная фотоника*. – 2023. – Т. 10. – № 5. – С. 98-111.

91. Vintsents S.V. Instantaneous profiles of quasistatic deformations and displacements of solid surfaces during local laser irradiation / S.V. Vintsents, S.G. Dmitriev, O.G. Shagimuratov // *Phys. Solid State*. – 1996. – Vol. 38. – P. 552-557.
92. Vintsents S.V. Quasi-one-dimensional thermal deformation and displacement of the surface of a solid in a pulsed laser beam / S.V. Vintsents, S.G. Dmitriev, K.I. Spiridonov // *Physics of the Solid State*. – 1997. – Vol. 39. – № 12. – P. 1985-1988.
93. Котов А.Н. Установка для терморекфлектометрии полупроводниковых материалов в сильном магнитном поле при низких температурах / А.Н. Котов, А.А. Старостин, В.В. Шангин, С.Б. Бобин, А.Т. Лончаков // *Известия Российской Академии наук. Серия физическая*. – 2023. – Т. 87. – С. 1547-1554.