

激光光热法测试 YBCO 高温超导带材热扩散率

李 想¹, 吴 钢¹, 周 刚², 毕 柯¹, 汤智胤¹, 张青枝¹, 马 计¹

(1. 海军工程大学 动力工程学院, 湖北 武汉 430033;

2. 中国科学院低温工程学重点实验室, 北京 100190)

摘 要: 根据激光光热法原理建立了高温超导带材低温真空环境下热扩散率测试系统。通过研究热扩散率与加热激光调制频率及热波通过样品时产生的相位差之间的关系, 提出了激光光热法测试热扩散率实验数据处理新思路, 消除了系统误差的影响。为了探讨测试方法的可靠性, 以热扩散率已知的紫铜为标准样品进行了测试。在此基础上, 对 YBCO 高温超导带材进行了测试, 获得了其在 40~120K 温区的热扩散率数据。YBCO 高温超导带材热扩散率随温度升高而降低, 尤其在 40~60K 温区下降较快。

关键词: 激光光热法; 高温超导; 低温; 热扩散率

中图分类号: O514.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2014)06-1740-05

Measurement for thermal diffusivity of YBCO high temperature superconducting tapes based on laser photo-thermal method

Li Xiang¹, Wu Gang¹, Zhou Gang², Bi Ke¹, Tang Zhiyin¹, Zhang Qingzhi¹, Ma Ji¹

(1. Power Engineering School, Naval University of Engineering, Wuhan 430033, China;

2. Key Laboratory of Cryogenics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

Abstract: According to laser photo-thermal method, the measurement system of high temperature superconducting (HTS) tapes thermal diffusivity was built in low temperature and vacuum condition. Through the research on the relationship among thermal diffusivity, modulation frequency of heating laser and phase difference of heat wave when passing through specimen, novel idea to deal with experimental data from the thermal diffusivity testing by using laser photo-thermal method was put forward, and the systematic error influence was eliminated. To verify the reliability of the measurement system, the copper was used as reference material and the thermal diffusivity of copper was measured. On that basis, the thermal diffusivity of YBCO HTS tape was measured by using laser photo-thermal method, and the thermal diffusivity of YBCO HTS tape has been got when the temperature scope was from 40 K to 120 K. The thermal diffusivity decreases with the temperature increasing. Especially, decreasing sharply in the temperature range of 40-60 K.

Key words: laser photo-thermal method; HTS; low temperature; thermal diffusivity

收稿日期: 2013-10-20; 修订日期: 2013-11-25

基金项目: 国家自然科学基金(51076165); 中国科学院重点实验室基金(CRYO201221)

作者简介: 李想(1986-), 男, 博士生, 主要从事制冷与低温工程方面的研究工作。Email: suplixiang@163.com

导师简介: 吴钢(1958-), 男, 博士, 教授, 主要从事制冷与低温工程方面的研究工作。Email: gangwu206@hotmail.com

0 引 言

在高温超导领域中,采用 GM 制冷机对超导器件进行直接冷却的低温超导技术,改变了传统的靠低温液氦对流、沸腾换热的冷却方式,提高了设备运行的安全性和经济性,并极大减小了设备体积^[1]。高温超导材料热扩散率对高温超导系统直接冷却过程中的导热分析和热设计至关重要,其测试的准确性直接关系到系统的高效性和可靠性。热扩散率测试的方法一般分为瞬态法和稳态法,常见的瞬态法有光热偏转技术、激光闪光法、激光光声技术等^[2-4]。稳态法测试周期长^[5],热流不易控制,并且需要大尺寸的样品来布置传感器。高温超导带材尺寸较小,其热扩散率测试又需要在其达到超导态的临界低温下进行,采用传统的方法进行测试技术难度高、精确度低,而激光光热法具有测试样品尺寸小、非接触等特征,可检测出极微小信号,已经广泛应用在很多领域。第二代 YBCO 高温超导材料是将 YBCO ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$) 薄膜生长在柔性的金属基带上形成的层状结构超导带,具有临界温度高、各向异性小、制备成本相对较低等优点,是国际高温超导材料研究的热点^[6]。目前, YBCO 超导带材正被越来越多地应用在超导电力设备中,在超导电缆、超导限流器和超导体等领域具有广阔的应用前景^[7]。但其基础的热物性参数(如热扩散率等)非常缺乏,给超导元件的热设计和工程应用带来了困难。鉴于此,文中根据激光光热法^[8-9]测试材料热扩散率原理,构建了一套低温真空环境下高温超导材料热扩散率测试系统,并对 YBCO 高温超导带材的热扩散率进行了测试。

1 实验系统及工作原理

激光光热法测试高温超导带材热扩散率实验系统由激光光路单元、测量单元、低温温控单元、真空单元组成^[10]。图 1 为该系统实验装置示意图,图 2 为其实物图。激光光路由加热激光器、探测激光器、激光器驱动电源、三棱镜、滤光片构成,用以构成测量所需的光路。测量部分由信号发生器、光电二极管、锁相放大器、计算机构成,用以检测和记录电信号。低温温控单元由低温制冷机、温控仪、加热器、温度传感器组成。低温实验时样品置于低温环境中,其

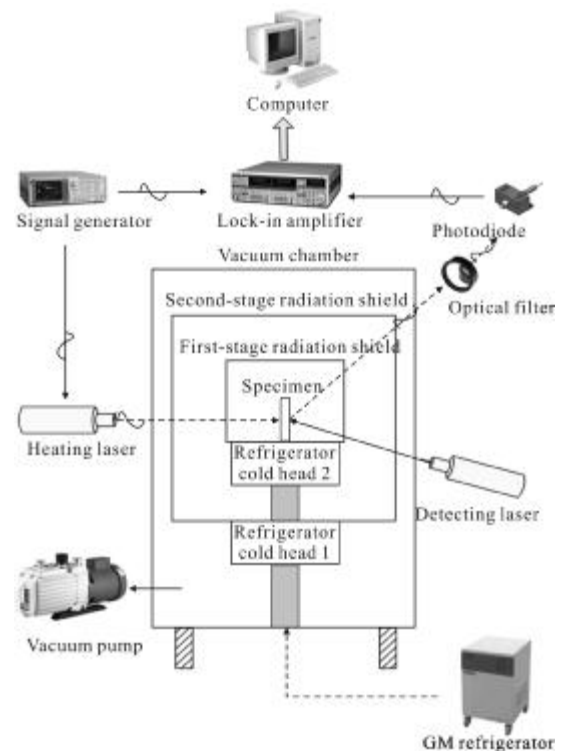


图 1 实验装置示意图

Fig.1 Diagram of experimental equipment

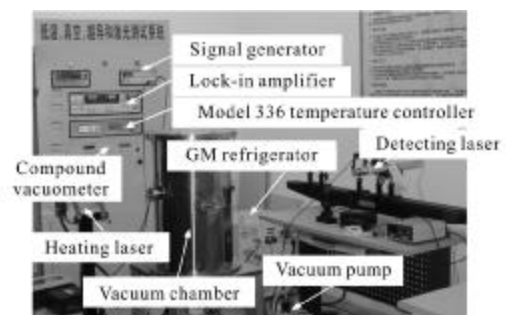


图 2 实验装置实物图

Fig.2 Photo of experimental equipment

冷量由两级 GM 制冷机的二级冷头提供,并在一级冷头和二级冷头上安装防辐射屏,减少辐射热对样品温度的影响,控温过程中由温度传感器感受样品温度变化并反馈给温控仪,温控仪通过调节加热器电流大小来控制加热量,从而使样品温度达到设定值。真空单元由真空泵、真空传感器(电阻规管、电离规管)、复合真空计组成,用来提供和监测真空测试环境,降低对流辐射热对样品传热的影响。加热激光采用波长为 676 nm 半导体红外激光器,其功率为 1 W,光斑直径为 1 mm。探测激光的使用波长为 632.8 nm 氦氖激光器,输出功率为 5 mW,光斑直径

为 0.5 mm, 散度为 1 mrad。滤光片安放在光电二极管前面, 可以滤掉波长为 676 nm 的加热激光, 只允许波长为 632.8 nm 的探测激光束通过, 避免了加热激光同频信号对探测信号的影响。光电二极管采用硅光电二极管, 具有速度高、灵敏度高、暗电流低等特点, 其光电转换响应度为 $0.5 \mu\text{A}/\mu\text{W}$, 光谱波长的响应范围在 400~1100 nm 之间。锁相放大器的型号为 RS830, 其主要性能参数为: 工作频率范围 0.001~102.4 kHz, 分辨率 2 nV~1 V, 时间常数 $10 \mu\text{s}$ ~30 ks, 增益精度 $\pm 1\%$ 。温控仪型号为 Lakeshore Model 336, 具有高精度的控温效果, 其主要参数为: 最大更新速率 10 次/s (热电偶 5 次/s), 控制类型为 PID 控制或开环控制, 数模分辨率为 24 位。加热器为 25 Ω 电阻型加热片。

实验过程中由信号发生器产生一定频率的调制信号, 并将该信号分成两路, 一路作为参考信号输入锁相放大器参考端, 另一路输入加热激光器用来调制加热激光, 被信号发生器调制的加热激光称为调制激光。调制激光照射到样品的一侧表面(称之为加热面), 在样品内产生热波, 热波经过样品内部到达另一面(称之为探测面), 并在探测面产生温度响应, 探测面温度将按调制频率的大小而波动。探测激光器产生的探测激光照射在样品的探测面, 探测面温度的变化将引起探测激光反射率的变化, 从而引起反射光强度的变化。反射光通过 633 nm 的滤光片进入光电二极管, 光电二极管将光强变化信号转化为电流强度变化信号并输入到锁相放大器信号输入端, 锁相放大器通过对输入信号与参考信号的运算得出两信号的相位差, 即热波经过样品产生的相位滞后。将该相位差带入理论计算公式可得出材料的热扩散率。实验测试准确性的关键是光路对正, 即加热激光要垂直照射在样品的加热面, 探测激光照射在样品探测面的光斑位置与加热激光光斑的位置对正, 这首先需要通过肉眼观察进行粗调, 然后通过观察锁相放大器的数值变化进行精确调节。

2 理论分析

激光光热法测试高温超导材料热扩散率原理如图 3 所示。样品为高温超导带材制成的薄圆片, 其截面直径远大于厚度。加热激光对样品一侧进行加热, 另一侧产生温度响应。

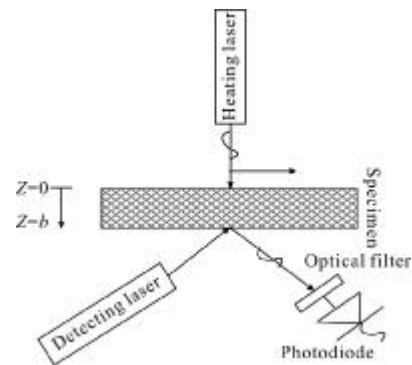


图 3 激光光热法测试材料热扩散率原理

Fig.3 Principle of material thermal diffusivity measurement based on laser photo-thermal method

建立二维热传导模型如下:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial u}{\partial t} \quad (1)$$

其边界条件和初始条件为:

$$-k \frac{\partial u}{\partial z} \Big|_{z=0} = \frac{Q}{\pi a^2} e^{i\omega t} \quad \text{for } r \leq a \quad (2)$$

$$\frac{\partial u}{\partial z} \Big|_{z=0} = 0 \quad \text{for } r > a \quad (3)$$

$$\frac{\partial u}{\partial z} \Big|_{z=b} = 0 \quad (4)$$

$$u(r, z, 0) = 0 \quad (5)$$

式中: Q 为入射激光被加热表面所吸收的强度; i 为虚数单位, $i^2 = -1$; ω 为加热激光的调制角频率, $\omega = 2\pi f$; a 为加热激光光斑的半径; z 为样品的深度; b 为样品厚度。由方程解得沿 z 方向厚度为 b 处样品中心的温度如公式(6)所示, 具体推导过程可见参考文献[8]。

$$u(0, b, t) = \frac{Q \exp(\sqrt{\pi f / \alpha})}{\pi \alpha^2 \sqrt{\pi f k \rho C}} \exp \left[-i \left(\omega t - \left(b \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} + \frac{\pi}{4} \right) \right) \right] \quad (6)$$

则热波经过样品产生的相位滞后与材料热扩散率及调制频率间的关系可表示为:

$$\varphi = b \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} + \frac{\pi}{4} \quad (7)$$

式中: f 为加热激光的调制频率; φ 为相位差; α 为待求热扩散率。按照热波理论, 公式中的常数 $\pi/2$ 是热流波和温度波之间所存在的相位差^[10]。样品的厚度已知, 由公式(7)可知, 要想确定测试样品的热扩散

率,还需要知道调制激光的频率 f 和与其对应的相位差 φ 。

在对实验数据处理上,传统的方法是将实验获得的数据根据公式(7)直接进行拟合,从而得出热扩散率,但事实上,实验过程中不可避免地存在一些系统误差,这些系统误差包括信号经过缆线、锁相放大器前置放大端等产生的相位滞后等。实验过程中发现,对于某次实验来说,系统误差的大小是个固定值。令该系统误差为 δ ,则实际模型可表示如公式(8)所示:

$$\varphi = b\sqrt{\frac{\pi f}{\alpha}} + \frac{\pi}{4} + \delta \quad (8)$$

所以,在实验数据处理上,应根据公式(8)对实验数据进行拟合,才能正确得出所测材料的出热扩散率,但公式(8)中的系统误差 δ 难以准确获得,所以传统的数据处理思路行不通。通过对公式(8)观察可知,对于某种待测样品来说 $b\sqrt{\pi/\alpha}$ 是定值, \sqrt{f} 是变量。令 $k = b\sqrt{\pi/\alpha}$ 并以 $\chi = \sqrt{f}$ 为自变量,则模型可转化为:

$$\varphi = k\chi + \frac{\pi}{4} + \delta \quad (9)$$

由公式(7)和公式(9)可以发现材料的热扩散率 α 只与公式(9)中的斜率 k 有关,与 δ 的大小无关。因此,只要以 \sqrt{f} 为变量对实验数据进行线性拟合得出斜率 k 的值,则材料的热扩散率就可按公式(10)计算得出。从而也说明了测试过程中系统误差的存在并不影响材料热扩散率的准确获得。

$$\alpha = \pi b^2 / k^2 \quad (10)$$

3 实验结果及分析

3.1 实验准确性验证与实验结果分析

为了验证实验的准确性,首先对常温下热扩散率已知的紫铜在该实验系统下进行测试。将紫铜材料做成直径 1 cm、厚度为 0.3 mm 的圆片样品。为增加样品表面对加热激光的吸收率,在样品的加热面镀上 50 nm 的碳膜。并在样品的探测面镀上 300 nm 的金膜来增加对探测激光的反射率。这层非常薄的碳膜和金膜对相位差的影响可忽略不计。通过实验获得紫铜在该系统下测试的实验数据如图 4 所示,其中横坐标为加热激光调制频率数值开根号,纵坐

标表示不同频率下对应的相位差值。

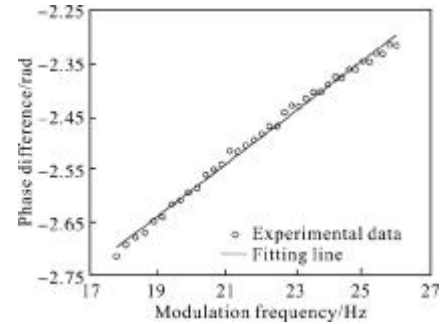


图 4 紫铜热扩散率测试实验数据的线性拟合

Fig.4 Linear fitting curve of experimental data of copper thermal diffusivity

由上一节的分析可知,相位差与加热激光调制频率的开平方结果成线性关系。因此,对实验数据进行线性拟合。由图 4 可知,实验获得的相位差与调制频率开平方的结果线性拟合效果很好,这与理论分析相一致,由仿真结果可知拟合直线的斜率,带入公式(10)得出紫铜在常温下的热扩散率为:

$$\alpha = \pi b^2 / k^2 = 1.187 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s} \quad (11)$$

通过上述方法得到的常温下紫铜的热扩散率与参考文献[11]中的数据相比,相对误差为 3.9%,说明该实验系统能够准确测试出材料的热扩散率。造成测试误差的原因主要有以下两个方面:一是实验过程中光路的对正存在一定的误差;二是实际测试环境与激光光热法理论模型的边界条件有微小差异。

3.2 高温超导 YBCO 带材热扩散率测试与分析

3.1 节验证了实验系统的准确性,本节将在同一系统下测试 YBCO 带材热扩散率,并用相同的方法对获得的实验数据进行处理。将高温超导 YBCO 带材做成直径 1 cm、厚 0.2 mm 的实验样品,并在样品的两侧分别镀上金膜和碳膜。实验过程中首先用真空泵对杜瓦抽真空,待真空度达到 10^{-2} Pa 左右时,打开 GM 制冷机进行降温,并通过温控仪对不同待测温度点的温度进行精确控制,同时依次测试不同的温度点下若干加热激光调制频率对应的相位差,并按上一节中介绍的方法分别对每一温度点下的实验数据进行线性拟合,通过公式(10)计算出每一温度下的 YBCO 带材的热扩散率。图 5 为不同温度下的 YBCO 样品热扩散率实验结果及拟合曲线。

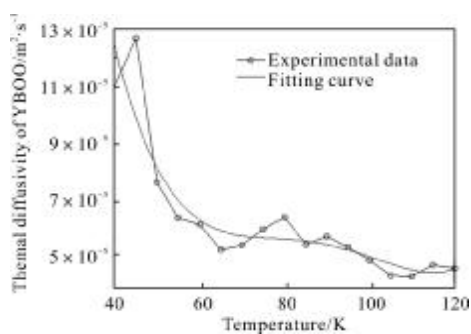


图 5 YBCO 带材热扩散率随温度变化

Fig.5 Changes of YBCO tapes thermal diffusivity with temperature

由图 5 可知, 高温超导 YBCO 带材热扩散率随温度升高而降低。这是由于材料的热扩散率是由材料的热导率、密度和比热容共同决定的, 固体材料的密度随温度变化较小, 但其热导率和比热容却受温度影响较大。目前关于 YBCO 带材热扩散率的数据依然缺乏, 无法进行准确对比分析, 与参考文献[12]中纯 YBCO 材料的热扩散率相比, 文中 YBCO 带材的热扩散率要比其高约一个数量级, 变化趋势是一致的, 这是由于 YBCO 带材外表面包裹的是一层高热导率的基材, 使得 YBCO 带材整体上的热扩散率高于纯 YBCO 材料。上述分析说明了该实验结果与预期结果一致, 能够正确反映 YBCO 带材热扩散率在低温下的变化规律。

4 结 论

采用激光光热法测试高温超导带材热扩散率, 减少了测试过程中对样品本身的影响, 提高了测试精度, 也缩短了测试周期。系统误差对测量的准确性有较大影响, 提出的激光光热法热扩散率测试实验数据处理方法能有效规避系统误差对测量精度的影响。YBCO 高温超导带材热扩散率随温度升高而降低, 而且在低温下的变化率要较高温下的变化率大, 该实验结果将为 YBCO 带材超导元器件的热设计和热分析提供基础数据。

参考文献:

[1] Wang Li, Wang Xuebo. The computer simulation of heat

transfer process between AlN ceramic and copper [J]. Journal of Wuhan University of Technology, 2006, 28(6): 14-16. (in Chinese)

[2] Hao Honggang, Rao Min, Zhou Ao, et al. Novel method of measuring absolute absorption loss of optical coatings [J]. Infrared and Laser Engineering, 1992(3): 41-42. (in Chinese)

[3] Parker W J, Jenkins R J, Butler C P, et al. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity [J]. Journal of Applied Physics, 2009, 32(9): 1679-1684.

[4] Huang Xuebo, Chen Wenbin. Measurement of density distribution of C/C composite material [J]. Infrared and Laser Engineering, 2012, 41(6): 1490-1493. (in Chinese)

[5] Gmelin E, Asen-Palmer M, Reuther M, et al. Thermal boundary resistance of mechanical contacts between solids and subambient temperatures [J]. J Phys D: Appl Phys, 1999, 36(5): 19-43.

[6] Jiang Zhijun. Progress in R&D of practical high-temperature superconductors [J]. Materials China, 2009, 28(4): 28-33. (in Chinese)

[7] Keeter, Hunter. High temperature superconductor technology [J]. Naval Forces, 2009, 30(5): 79-83.

[8] Ohson Y, Wu G, Dryden J, et al. Optical measurement of thermal contact conductance between wafers like thin solid samples [J]. Journal of Heat Transfer Transactions of the ASME, 1999, 121(4): 954-963.

[9] Bi Dongmei, Chen Huanxin, Tian Ye. Influences of temperature and contact pressure on thermal contact resistance at interfaces at cryogenic temperatures [J]. Cryogenics, 2013, 52: 403-409.

[10] Li Xiang, Wu Gang, Zhou Gang, et al. Measurement system of interface thermal resistance with laser photo-thermal method based on Labview [J]. Cryogenics, 2013(1): 11-14. (in Chinese)

[11] Zhang Qingzhi, Wu Gang, Pang Zhiyang, et al. Numerical analysis of solid thermal diffusivity based on laser photo-thermal method [J]. Laser & Infrared, 2012, 42(2): 129-132. (in Chinese)

[12] Wang Qiuliang. High Magnetic Field Superconducting Magnet Science[M]. Beijing: Science Press, 2008. (in Chinese)