

Dipl.-Phys. Thomas Lechner, Stuttgart

Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit semitransparenter Materialien mit dem Laserimpulsverfahren

Messungen an kristallinem und gesintertem Al_2O_3 und MgO

Das Laserimpulsverfahren zur Messung der Temperaturleitfähigkeit opaker Festkörper wird auf die Untersuchung semitransparenter Materialien ausgedehnt. Der Einfluß unabhängiger Parameter – optische Dicke, Emissionsgrad der Probenoberflächen und Conduction to Radiation-Parameter – auf die effektiv meßbare Temperaturleitfähigkeit wird durch numerische Simulationen untersucht. Die Berechnung des instationären Wärmetransportes durch gekoppelte Wärmeleitung und -strahlung basiert auf einer Chebychev Collocation Point-Methode. – Das neuentwickelte Meß- und Auswerteverfahren ermöglicht die Bestimmung einer mittleren optischen Dicke sowie die Eliminierung des Strahlungsbeitrages der Probenberandungsflächen am Wärmeausgleichsvorgang. Messungen an kristallinem und gesintertem Korund und Periklas zwischen 200 und 1000°C zeigen, daß Korrekturen bis zu 12,5% bei 1000°C betragen.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	III
Formelzeichen	VIII
Kurzfassung	XI
1 Einleitung und Aufgabenstellung	1
2 Literaturübersicht	3
2.1 Laserimpulsverfahren	3
2.2 Strahlungstransport in absorbierenden und emittierenden Medien	5
2.3 Instationäre Wärmeleitung in semitransparenten Materialien	6
2.4 Messungen an Oxidkeramik	7
3 Das Laserimpulsverfahren	9
3.1 Grundlagen und Meßprinzip	9
3.2 Fehlereinflüsse und deren Korrektur	13
3.3 Parameterreduktions- und Identifikationsverfahren	19
3.4 Zusammenfassung	22
4 Energietransport durch Strahlung	22
4.1 Strahlungseigenschaften nichtleitender Festkörper	22
4.2 Strahlungsenergie transport in absorbierenden und emittierenden Medien	24
4.2.1 Strahlungsemission einer diffus strahlenden Oberfläche	25
4.2.2 Strahlungstransport im semitransparenten Kontinuum	27
4.3 Berücksichtigung der Strahlung beim Laserimpulsverfahren	28
5 Numerische Simulation der Messung	32
5.1 Numerische Methoden für Strahlungsprobleme	32
5.2 Die „Collocation Point“-Methode	33
5.3 Eigenschaften von Tschebyscheffpolynomen	34
5.4 Anwendung auf das Laserimpulsverfahren	37

5.5	Überprüfung und Genauigkeit der Simulation	39
5.5.1	Stationäre Wärmeleitung	39
5.5.2	Instationäre Wärmeleitung	41
6	Beitrag der Strahlung zur Temperaturleitfähigkeit	46
6.1	Wärmetransport durch Strahlung	46
6.2	Untersuchung und Modellierung des Temperaturnausgleiches	48
6.2.1	Unabhängige Parameter	49
6.2.2	Nicht emittierende Berandungsflächen ($\varepsilon^* = 0$)	50
6.2.3	Emittierende Berandungsflächen ($\varepsilon^* = 1$)	54
6.3	Laserpulsmessungen an semitransparenten Proben	56
6.3.1	Auswertemethode	57
6.3.2	Gültigkeitsbereich	60
7	Versuchsanlage	63
7.1	Technischer Aufbau	63
7.2	Probenhalterung	65
7.3	Temperaturmessung	66
7.4	Pyrometer	67
8	Versuchsdurchführung	68
8.1	Probenpräparation	68
8.2	Versuchsparameter und Proben	71
9	Meßergebnisse	74
9.1	Korund	74
9.2	Sinterkorund	78
9.3	Periklas	80
9.4	Gesintertes MgO	83
9.5	Schlußfolgerungen	84

10 Fehlerbetrachtung	87
10.1 Meßfehler	87
10.2 Indirekte Fehler	88
10.3 Messung an Armco-Eisen	89
11 Zusammenfassung	91
A Mathematische Herleitungen	94
A.1 Temperaturverteilung im halbumendlichen Körper	94
A.2 Wärmestrom zwischen emittierenden Oberflächen	95
B Optische Stoffkonstanten	96
B.1 Absorptions- und Streukoeffizient	96
B.2 Brechzahl	98

Kurzfassung

Die Anwendung des Laserimpulsverfahrens zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit opaker Festkörper wird auf die Untersuchung semitransparenter Materialien ausgedehnt. Hierzu werden die Oberflächen der Proben mit einer opaken Beschichtung versehen, um die Absorption der eingestrahnten Energie an der Probenoberfläche zu gewährleisten. Der direkte Strahlungsaustausch zwischen diesen Oberflächen sowie die Eigenemission des Materials führen bei hohen Temperaturen -nach Erwärmung durch den Laserimpuls- zu einem Verlauf des Temperatursgleiches, der den üblichen analytischen Lösungen zur Versuchsauswertung nicht mehr entspricht. Die vorliegende Arbeit untersucht die physikalischen Vorgänge, welche während eines Laserimpulsexperimentes an semitransparenten Materialien auftreten, mit dem Ziel, ein geeignetes Auswerteverfahren zu entwickeln. Zur Auswertung von Messungen verwendet man gewöhnlich den Temperaturverlauf an der Rückseite der vom Laserimpuls erwärmten Probe. Mittels numerischer Simulationen wird die Abhängigkeit dieses Verlaufes von unabhängigen Parametern -der optischen Dicke τ , dem Emissionsgrad der Oberflächen ε und der Starkzahl N_S - bestimmt.

Stark *emittierende* Probenberandungen stehen im direkten Strahlungsaustausch. Dies verursacht schon zu Beginn der Messung einen abrupten Anstieg der rückseitigen Temperatur auf einen anfangs konstanten Wert. Für die Größe dieses Temperaturhubes wird eine Beziehung analytisch hergeleitet, welche die Bestimmung sowohl der optischen Dicke als auch der Starkzahl aus der Laserimpulsmessung an zwei unterschiedlich dicken semitransparenten Proben erlaubt.

Proben mit stark *reflektierenden* Berandungen zeigen einen Verlauf, der demjenigen opaker Proben sehr ähnlich ist. Die Strahlungsemission und Reabsorption in der Probe führt zu einer Erhöhung der effektiven Temperaturleitfähigkeit, welche als eindeutige Funktion von N_S und τ darstellbar ist. Somit kann unter Verwendung dieser zuvor bestimmten Parameter die wahre Temperaturleitfähigkeit des untersuchten semitransparenten Materials bestimmt werden. Das Verfahren ist im Bereich optischer Dicke von maximal $\tau = 1$ und einer Starkzahl von maximal $N_S = 2$ anwendbar.

Zur experimentellen Bestätigung wurden Messungen an den kristallinen, semitransparenten Materialien Periklas und Korund sowie an den entsprechenden Sintermaterialien MgO und Al₂O₃ im Temperaturbereich von 200 bis 1000°C durchgeführt. Untersucht wurden Proben unterschiedlicher Dicke mit emittierender Beschichtung durch Graphitlack oder reflektierender Beschichtung durch Besputtern mit Gold oder Platin. Aus dem an graphitbeschichteten kristallinen Proben beobachteten Temperaturhub wurde ein temperaturabhängiger mittlerer Absorptionskoeffizient ermittelt. Hieraus berechnete Korrekturfaktoren für die an den besputterten Proben gemessene Temperaturleitfähigkeit betragen bei Periklas bis zu 12,5%, bei Korund wegen der größeren Transparenz nur 1,8%. Die optische Dicke der Sintermaterialien ist so groß, daß eine Anwendung des Auswerteverfahrens nicht möglich ist.

Die numerische Simulation, die eine auf Tschebyscheffpolynomen basierende Collocation Point-Methode verwendet, zeichnet sich durch hohe Rechengeschwindigkeit und Genauigkeit aus. Sie ist zur Berechnung des instationären Wärmetransportes durch gekoppelte Wärmeleitung und -strahlung besonders gut geeignet.

Abstract

The application of the laser flash method for the determination of thermal diffusivity of opaque solids is extended to semitransparent materials. To ensure the absorption of the laser energy in a surface layer, the sample surface is coated by an opaque material. At high temperatures, the combination of direct radiance exchange between these surfaces and emission by the material itself, leads to a temperature relaxation process after sample heating by the laser pulse, which differs from commonly applied analytical solutions. The present work's object is the development of a suitable evaluation method based on the thermophysical events appearing during the application of the laser flash measurement to a semitransparent material. Normally the samples rear face temperature history is used for the evaluation of measurements. By means of numerical simulations the dependency of the transient from independent parameters—optical thickness τ , surface coating emissivity ε and Stark number N_S (conduction to radiation parameter)—is analyzed.

Strongly emitting sample surfaces exchange radiation directly. This leads to a sudden rise of the back surface temperature to a constant value at the beginning of the measurement. An analytical expression is derived for the temperature rise, allowing the determination of both the optical thickness and the Stark number from the measurement of two semitransparent samples with different thicknesses.

Samples with a highly reflective surface coating show a temperature history very similar to opaque materials. The radiation emission and reabsorption within the sample leads to an increase of the apparent diffusivity, which depends on N_S and τ . With the knowledge of these parameters, the true diffusivity of the semitransparent material can be determined. The procedure is applicable in the range of an optical thickness up to $\tau = 1$ and a Stark number up to $N_S = 2$.

To verify this procedure experimentally, measurements were conducted in a temperature range from 200 to 1000°C with crystalline semitransparent materials periclase and corundum, and with the corresponding sintered modifications MgO and Al₂O₃. The sample thickness and coating materials (by use of emissive colloidal graphite coating and gold or platinum sputter coating) were varied. From the temperature rise observed at graphite coated crystalline samples, a temperature dependent mean absorption coefficient was derived. The results were used to calculate correction factors for diffusivity values measured with sputter coated samples, giving values up to 12.5% in the case of periclase, but only 1.8% for corundum due to the greater transparency. The optical thickness of the sintered samples was too large to allow the application of the proposed evaluation procedure.

The numerical simulation, based on a collocation point method using Chebycheff polynomials, has proved to perform at high computing speed and very small error. It shows to be a tool especially well suited for the calculation of transient heat transfer by combined conduction and radiation.