

## МИКРОКАЛОРИМЕТР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ИЗЛУЧЕНИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ВЫСОКООТРАЖАЮЩИХ ОБРАЗЦОВ ПРИ КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

**А. А. Иваненко, И. А. Тамбасов, Н. П. Шестаков**

*Институт физики им. Л. В. Киренского СО РАН,  
г. Красноярск, Российская Федерация*

*Предложено решение проблемы измерения коэффициента излучения (степени черноты) тонкопленочных высокоотражающих образцов при криогенных и комнатных температурах. Для обеспечения необходимой точности и чувствительности создан тонкопленочный элемент, содержащий платиновый датчик температуры и нагреватель, а также пленка с высоким коэффициентом излучения – модель «черного тела». На базе этих элементов, криостата замкнутого цикла TM AC-V12a фирмы Cryomech (США) и крейтовой системы LTR-EU-8-1 сбора информации с модулями АЦП и ЦАП фирмы L-CARD (Россия) создана установка для измерения теплопередачи между пленочными покрытиями, осуществляемой за счет излучения. Раскрыты способы обработки результатов измерений, осуществляемой при оценке сопротивления платиновых датчиков температуры, которые позволяют производить измерение температуры со среднеквадратическим отклонением 0,001 К.*

*Описаны базовые элементы установки. Описаны проводимые на установке измерения, необходимые для вычисления коэффициента излучения. Приведена методика расчета коэффициента излучения с использованием результатов измерений, проводимых с помощью микрокалориметра.*

*Ключевые слова: коэффициент излучения, степень черноты, «черное тело», термометр сопротивления, криогенные температуры, высокоотражающие покрытия.*

### Введение

При возникновении необходимости измерений излучательной способности при криогенных температурах, как правило, для космического применения, осуществляется создание уникального оборудования [1–8]. На мировом и отечественном рынках отсутствуют приборы подобного класса. В данной статье анализируется работа созданного аппаратно-программного комплекса для измерения коэффициента излучения материалов и покрытий при криогенных и комнатных температурах.

### Работа микрокалориметра

Установка [9] (рис. 1) состоит из криостата 1, в который помещены пленочные образцы 2 и эталонный поглотитель/излучатель 3, расположен-

ные параллельно на расстоянии 0,3–0,8 мм друг от друга. Поглотитель/излучатель 3 с внутренней стороны обладает высокой поглощающей и излучающей способностью (модель черного тела). Выход переменного генератора мощности 4 соединен с тонкопленочным нагревателем 5 поглотителя/излучателя при измерении поглощающей способности, или тонкопленочным нагревателем образца 6 при измерении излучающей способности. Тонкопленочные термометр сопротивления образца 7 и термометр сопротивления поглотителя/излучателя 8 подключены к измерителям температуры 9, 10. Термометры сопротивления образца и эталонного образца изолированы от соответствующих тонкопленочных нагревателей диэлектрическими пленками 11, 12.

По этой схеме построена автоматизированная установка для измерения коэффициента излучения (степени черноты) тонкопленочных образцов (чувствительность – 0,001 К) на базе криостата замкнутого цикла Optistat TM AC-V 12a 0.25W@4K фирмы Cryomech (США) и мо-

дулей АЦП и ЦАП – LTR114 и LTR34-8 фирмы L-CARD (Россия) в составе крейта LTR-EU-8-1 (рис. 2).

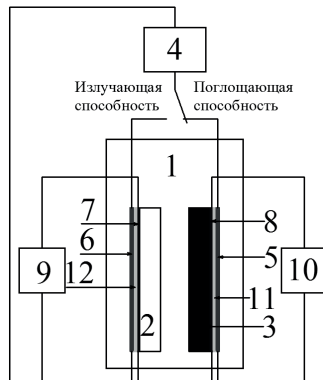


Рис. 1. Схема установки для измерения излучающей и поглощающей способностей тонкопленочных образцов

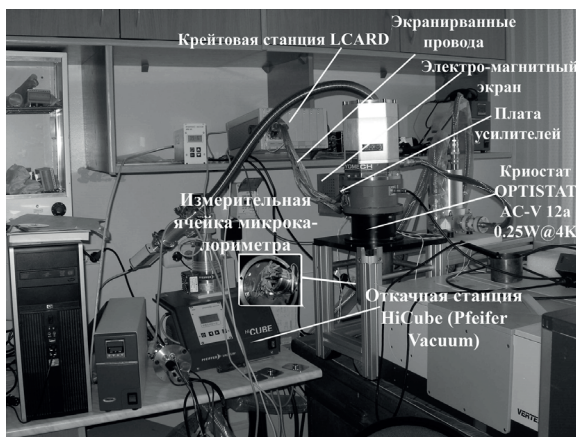


Рис. 2. Автоматизированная установка для измерения коэффициента излучения (степени черноты) тонкопленочных образцов (чувствительность по температуре – 0,001 K) на базе криостата Optistat TM AC-V 12a 0.25W@4K

Работа установки основана на нагреве эталонного излучателя (модели «черного тела») и измерении температуры излучателя и приемника (образца). Образец – полиимидная пленка с исследуемым отражающим покрытием и нанесенным методом магнетронного напыления спиральным бифилярным платиновым термометром сопротивления 7, 8 и нагревателем 6.

Температура излучателя и приемника измеряется с помощью платинового термометра сопротивления, специально разработанного блока термо-стабилизированных малошумящих усилителей и прецизионных сигма-дельта АЦП и ЦАП отечественной фирмы LCARD, управляемых персональной ЭВМ.

Предварительная калибровка системы осуществляется при использовании в качестве излучателя и приемника двух одинаковых поглотителей/излучателей с близким к 1 коэффициентом излучения – модель «черного тела», позволяю-

щих эффективно производить измерения теплопередачи излучением при нагреве излучателя менее 2 K.

Такая калибровка позволяет учесть погрешности, возникающие из-за не идеальности поглотителя (коэффициент излучения примерно равен 0,98), а также краевых эффектов и паразитных утечек тепла.

Выполнение тонкопленочных датчика температуры (термометра сопротивления) и нагревателя, имеющих теплоемкости много меньшие, чем теплоемкость измеряемой пленки, на полиимидной пленке толщиной 10 мкм, позволяют минимизировать погрешности измерения температуры и влияния датчика и нагревателя на теплофизические свойства образца (рис. 3).

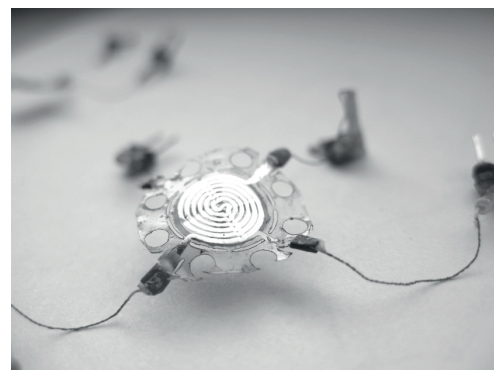


Рис. 3. Тонкопленочный элемент, содержащий платиновый датчик температуры и нагреватель

В измерительной головке микрокалориметра (рис. 4) пленки крепятся параллельно друг другу. Конструкция измерительной головки и датчиков (рис. 3) выполнена с учетом минимизации теплопередачи от излучателя к поглотителю паразитным путем, т. е. теплопередачи за счет конечного суммарного теплового сопротивления крепящих излучатель элементов диэлектрических прокладок и узких (0,75 мм) восьми мостиков полиамидной пленки толщиной 10 мкм на периметре 63 мм круга диаметром примерно 10 мм. Мостики необходимы для подведения контактов к термометру сопротивления и нагревателю, а также для удерживания центральной части датчика в одной плоскости. Приемник (образец) имеет непосредственный тепловой контакт по периметру с платформой (деталь измерительной головки микрокалориметра), которая крепится на медный болт М6 к холодному медному пальцу криостата. Излучатель и приемник развязаны несколькими диэлектрическими прокладками специальной формы для минимизации площади контакта. Для уменьшения влияния краевых эффектов между излучателем и приемником установлена металлическая диафрагма диаметром 9 мм. Работа установки основана на импульсном нагреве излучателя (поглотителя) и

синхронном измерении температуры приемника (образца) перед импульсом нагрева и в конце его, по окончании переходного процесса. Образец – полиамидная пленка с исследуемым отражающим покрытием и нанесенным методом магнетронного напыления спиральным бифилярным платиновым термометром сопротивления и таким же нагревателем. Для повышения чувствительности измерений и минимизации тепловых утечек по периметру пленочного датчика нанесена перфорация. Изменение температуры излучателя и приемника излучения измеряется с помощью платиновых термометров сопротивления, блока усилителей и прецизионного сигма-дельта АЦП, соединенного с персональной ЭВМ. Предварительная калибровка системы осуществляется при использовании в качестве излучателя и приемника двух одинаковых поглотителей/излучателей (моделей «черного тела» [10]) (рис. 5). Такая калибровка позволяет учесть погрешности, возникающие из-за не идеальности поглотителя, а также краевых эффектов и паразитных утечек тепла.



Рис. 4. Измерительная головка микрокалориметра для крепления двух параллельных пленок с датчиками температуры и нагревателями

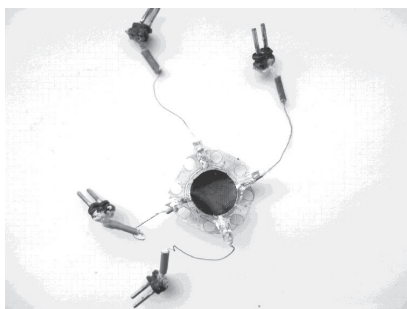


Рис. 5. Тонкопленочный элемент, содержащий платиновый датчик температуры, нагреватель и поглотитель, обладающий близким к 1 коэффициентом излучения (модель «черного тела»)

### Измерение сопротивления датчиков температуры

Два канала ЦАП восьмиканального LTR34 программируются на выдачу противофазного двухполярного напряжения, подаваемого на по-

следовательное соединение двух платиновых термометров сопротивления излучателя и приемника. Полярность ЦАП меняется каждые 2,5 мс. За каждые 2,5 мс происходит измерение напряжения по пяти каналам: напряжения на нагревателе, напряжения на эталонном сопротивлении нагревателя (ток нагревателя), усиленного напряжения на двух датчиках температуры, усиленного напряжения на эталонном резисторе, включенном последовательно с датчиками температуры (измерительный ток датчиков).

Результат измерения напряжения каждые 0,5 секунды получается суммированием двухсот измерений. Для трех каналов измерения сопротивления датчиков температуры сложение осуществляется с учетом знака измерительного тока. Экспоненциальное возрастание фликер шумов, используемых малошумящих операционных усилителей, происходит на частотах ниже 400 Гц. Модуляция измерительного тока осуществляется частотой 400 Гц. Последующее синхронное детектирование (суммирование результатов измерения с нужным знаком) модулированного измерительным током сигнала приводит к эффективному подавлению фликер шумов с частотой ниже 400 Гц и других аддитивных помех в цепи измерения сопротивления датчиков температуры (например, возникающих из-за контактной разницы потенциалов при соединении проводов и разъемов).

Перечисленные способы обработки цифровых данных при оценке сопротивления датчиков температуры позволяет производить измерение температуры со среднеквадратическим отклонением 0,001 К.

### Вычисление коэффициента излучения по результатам измерений

Произведем вычисление коэффициента излучения (степени черноты), решив следующую систему уравнений теплообмена:

$$\left\{ \begin{array}{l} P_{Bl2\_eq}(T) = \frac{T_{emBl1Bl2}^4 - T_{recBl1Bl2}^4}{\frac{1}{\epsilon_{Bl}} + \frac{1}{\epsilon_{Bl}} - 1} \\ P_{SBl\_eq}(T) = \frac{T_{emBl1S}^4 - T_{recBl1S}^4}{\frac{1}{\epsilon_S} + \frac{1}{\epsilon_{Bl}} - 1} \end{array} \right. \quad (1)$$

где 
$$P_{Bl2\_eq}(T) = \frac{T_{emBl1Bl2}^4 - T_{recBl1Bl2}^4}{\frac{1}{\epsilon_{Bl}} + \frac{1}{\epsilon_{Bl}} - 1} -$$

– уравнение теплообмена двух одинаковых «черных тел»;

$$P_{SBl\_eq}(T) = \frac{T_{emBl1S}^4 - T_{recBl1S}^4}{\frac{1}{\varepsilon_S} + \frac{1}{\varepsilon_{Bl}} - 1} \quad \text{– урав-}$$

нение теплообмена между излучателем («черным телом») и приемником (образцом);  $T_{emBl1Bl2}$  – абсолютная температура излучателя (первого «черного тела») в эксперименте с парой «черное тело» – «черное тело»;  $T_{recBl1Bl2}$  – абсолютная температура приемника (второго «черного тела») в эксперименте с парой «черное тело» – «черное тело»;  $T_{emBl1S}$  – абсолютная температура излучателя (первого «черного тела») в эксперименте с парой первое «черное тело» – образец;  $T_{recBl1S}$  – абсолютная температура приемника (образца) в эксперименте с парой первое «черное тело» – образец;  $\varepsilon_S$  – коэффициент излучения образца-приемника;  $\varepsilon_{Bl}$  – коэффициент излучения «черного тела».

Учитывая, что:

$$P_{Bl2\_eq}(T) = P_{Bl2}(T) \frac{T_{recBl1Bl2}}{T_{Bl2}} \quad (2)$$

где  $P_{Bl2\_eq}(T)$  – мощность, подаваемая на нагреватель приемника (второго «черного тела»), необходимая для нагрева приемника до той же температуры, что и при нагреве излучением от излучателя (первого «черного тела») в текущем эксперименте;

$$P_{SBl\_eq}(T) = P_{Bl2}(T) \frac{T_{recBl1S}}{T_{Bl2}} \quad (3)$$

где  $P_{SBl\_eq}(T)$  – мощность, подаваемая на нагреватель приемника (образца), необходимая для нагрева приемника до той же температуры, что и при нагреве излучением от излучателя (первого «черного тела») в текущем эксперименте.

Учитывая (2) и (3), решением системы уравнений (1) является выражение:

$$\varepsilon_S = \frac{1}{\sigma \left( \frac{(T_{1SBl}(T))^4 - (T_{2SBl}(T))^4}{P_{SBl\_eq}(T)} - \frac{(T_{1Bl}(T))^4 - (T_{2Bl}(T))^4}{2P_{Bl\_eq}(T)} \right) + \frac{1}{2}} \quad (4)$$

Используя данные, измеренные в процессе эксперимента, с помощью формулы (4) рассчитываются искомые коэффициенты излучения образца исследуемых материалов.

## Заключение

Была раскрыта работа аппаратно-программного комплекса для измерения коэффициента из-

лучения материалов и покрытий при криогенных и комнатных температурах. Описаны базовые элементы комплекса. Представлен алгоритм измерений и расчетов коэффициента излучения с использованием результатов измерений.

## Список литературы

1. Giuletta D., Gozzini A., Lucchesi M., Stampacchia R. A calorimetric technique for measuring total emissivity of solid materials and coatings at low temperatures // Journal of Physics D: Applied Physics, 1979, vol. 12, pp. 2027–2036.
2. Shirley E. L. Diffraction effects in radiometry. Optical Radiometry / Ed. by A. C. Parr et al. San Diego, CA, Elsevier Academic Press, 2005, pp. 409–451.
3. Riou O., Gandit P., Charalambous M., Chaussy J. Very sensitive microcalorimetry technique for measuring specific heat of  $\mu\text{g}$  single crystals // Review of Scientific Instruments, 1997, vol. 68, no. 3, pp. 1501–1509.
4. Tsujimoto S., Kanda M., Kunitomo T. Thermal radiative properties of some cryogenic materials // Cryogenics, 1982, vol. 22, pp. 591–597.
5. Woods S. I., Jung T. M., Ly G. T., Yu J. Broadband emissivity calibration of highly reflective samples at cryogenic temperatures // Metrologia, 2012, vol. 49, pp. 737–744.
6. Jung D. H., Moon I. K., Jeong Y. H. Peltier AC calorimeter // Thermochimica Acta, 2002, vol. 391, no. 1–2, pp. 7–12.
7. Tolson W., Or C., Glazer S., Kobel M., Packard E. Determination of coating emittance at cryogenic temperatures for the James Webb Space Telescope – experimental methods and results // Cryogenic Optical Systems and Instruments XI / Ed. by J. B. Heaney and L. G. Burriesci, Proc. SPIE, 2005, vol. 5904, p. 59040G.

Микроколориметр для измерения коэффициента излучения тонкопленочных высокоотражающих образцов

8. Králík T., Musilová V., Hanzelka P., Frole J., Chaussy J. Method for measurement of emissivity and absorptivity of highly reflective surfaces from 20 K to room temperatures, 2016, vol. 53, pp. 743–753.
9. Пат. 2535648 Российская Федерация, МПК G01K17/08. Устройство для измерения поглощающей и излучающей способностей тонкопленочного образца / Иваненко А. А., Шестаков Н. П., Тамбасов И. А.; патентообладатель ФГБУН Институт физики им. Л. В. Киренского; заявл. 02.08.2013; опубл. 20.12.2014. Бюл. № 35.
10. Ivanenko A. A., Tambasov I. A., Pshenichnaia A. A., Shestakov N. P. Flexible film broadband absorber based on diamond-graphite mixture and polyethylene // *Optical Materials*, 2017, vol. 73, pp. 388–392.

## MICROCOLORIMETER FOR MEASURING THE EMISSIVITY OF THIN FILM HIGH-REFLECTING SAMPLES AT CRYOGENIC TEMPERATURES

169

A. A. Ivanenko, I. A. Tambasov, N. P. Shestakov

*Kirensky Institute of Physics SB RAS, Krasnoyarsk, Russian Federation*

*A solution to the problem of measuring the emissivity (degree of blackness) of thin-film high-reflective samples at cryogenic and room temperatures is proposed. To ensure the required accuracy and sensitivity, a thin-film element containing a platinum temperature sensor and a heater, as well as a high emissivity film (a black body model) has been created. On the basis of these elements, the cryomech TM AC-V12a cryostat of the company Cryomech (USA) and the LTR-EU-8-1 crate of data collection with the ADC and DAC modules of the L-CARD company (Russia) created an installation for measuring heat transfer (carried out by radiation) between film coatings. Measurement processing methods that allow temperature measurement with a standard deviation of 0,001 K are presented.*

*The basic installation elements are described. The measurements carried out at the facility, necessary for calculating the emissivity, are described. A method for calculating the emissivity using the results of measurements carried out using a micro calorimeter is presented.*

*Keywords: emissivity, blackness degree, «blackbody», resistance thermometer, cryogenic temperatures, highly reflective coatings.*

## References

1. Giulietti D., Gozzini A., Lucchesi M., Stampacchia R. A calorimetric technique for measuring total emissivity of solid materials and coatings at low temperatures // *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1979, vol. 12, pp. 2027–2036.
2. Shirley E. L. Diffraction effects in radiometry. *Optical Radiometry* / Ed. by A. C. Parr et al. San Diego, CA, Elsevier Academic Press, 2005, pp. 409–451.
3. Riou O., Gandit P., Charalambous M., Chaussy J. Very sensitive microcalorimetry technique for measuring specific heat of  $\mu\text{g}$  single crystals // *Review of Scientific Instruments*, 1997, vol. 68, no. 3, pp. 1501–1509.
4. Tsujimoto S., Kanda M., Kunitomo T. Thermal radiative properties of some cryogenic materials // *Cryogenics*, 1982, vol. 22, pp. 591–597.
5. Woods S. I., Jung T. M., Ly G. T., Yu J. Broadband emissivity calibration of highly reflective samples at cryogenic temperatures // *Metrologia*, 2012, vol. 49, pp. 737–744.
6. Jung D. H., Moon I. K., Jeong Y. H. Peltier AC calorimeter // *Thermochimica Acta*, 2002, vol. 391, no. 1–2, pp. 7–12.
7. Tolson W., Or C., Glazer S., Kobel M., Packard E. Determination of coating emittance at cryogenic temperatures for the James Webb Space Telescope – experimental methods and results // *Cryogenic Optical Systems and Instruments XI*. / Ed. by J. B. Heaney and L. G. Burriesci, Proc. SPIE, 2005, vol. 5904, p. 59040G.
8. Králík T., Musilová V., Hanzelka P., Frole J., Chaussy J. Method for measurement of emissivity and absorptivity of highly reflective surfaces from 20 K to room temperatures, 2016, vol. 53, pp. 743–753.
9. Ivanenko A. A., Tambasov I. A., Shestakov N. P. *Ustrojstvo dlya izmereniya pogloshchayushchej i izluchayushchej sposobnostej tonkoplenochnogo obrazca* [Device for measuring the absorbing and radiating abilities of a thin-film sample]. Patent RF, no. 2535648, 2014.
10. Ivanenko A. A., Tambasov I. A., Pshenichnaia A. A., Shestakov N. P. Flexible film broadband absorber based on diamond-graphite mixture and polyethylene // *Optical Materials*, 2017, vol. 73, pp. 388–392.