

文章编号:1002-2082(2007)05-0645-04

激光干涉法测量硅高温环境下的线膨胀系数的实验研究

王建华¹, 范开果¹, 刘志锋¹, 孙建平², 张金涛², 王哲¹

(1. 北京工业大学, 北京 100022; 2. 中国计量科学研究院, 北京 100013)

摘要: 利用中国计量科学研究院自行设计的基于激光干涉法的材料线膨胀系数测量装置进行了材料线膨胀系数测量试验。该装置采用单频激光干涉, 对称光路设计, 其干涉仪分辨率小于1 nm。实验过程中改进并完善了该装置, 重新设计了加热炉, 改进了实验方法, 使该装置在800 K以上的高温环境下能进行材料线膨胀系数的测量。在800 K到1 200 K温度范围内, 对单晶硅试样采用分段加热进行测量, 并对样品变化过程及测量结果作了分析, 得到了单晶硅线膨胀系数的曲线, 实现了在1 200 K环境下采用激光干涉法材料线膨胀系数的纳米级测量。

关键词: 线膨胀系数; 激光干涉仪; 单晶硅

中图分类号: TN249-34

文献标志码: A

Measurement of linear expansion coefficient of silicon in high temperature with laser interferometric dilatometer

WANG Jian-hua¹, FAN Kai-guo¹, LIU Zhi-feng¹,

SUN Jian-ping², ZHANG Jin-tao², WANG Zhe¹

(1. Beijing University of Technology, Beijing 100022, China;

2. National Institute of Metrology P. R. China, Beijing 100013, China)

Abstract: The measurement of linear expansion coefficient of silicon was performed in high temperature with the high accuracy laser interferometric dilatometer developed by China National Institute of Metrology. The single frequency laser interferometer and symmetrical beam path are adopted in the dilatometer. The resolution of the interferometer is within 1 nm. In order to make the measurement in the temperature of over 800 K, the furnace of this system was redesigned and the experiment method was modified. With the renovated system, the linear expansion coefficients of silicon were measured by stepwise heating in the temperature range of 800 K~1 200 K. The changing process of specimens and the results of the measurement were analyzed. The linear expansion coefficient of silicon as a function of temperature was obtained. The measurement in nanometer level for the linear expansion coefficients of material was realized by laser interferometric method in 1 200 K.

Key words: linear expansion coefficient; laser interferometer; silicon

收稿日期: 2006-12-15; 修回日期: 2007-03-02

基金项目: 本研究为国家“十五”重大科研专项“重要技术标准研究”课题, 获得国家质检总局、国家标准委资助(2002BA906A79)

作者简介: 王建华(1963—), 女, 山西人, 北京工业大学机电学院副教授, 硕士研究生导师。主要从事CAD/CAM技术研究。
E-mail: wjh@bjut.edu.cn

引言

采用激光干涉法测量材料线膨胀系数和传统的顶杆法相比,具有测量准确和测量分辨率高等优点。这种方法被一些国家计量单位和对测量准确度有很高要求的实验室采用。由于该方法测量的是样品的长度随温度的绝对变化,不与其他任何物质的物性发生关系,属绝对测量方法,因此常用于给出参考物质的线膨胀率。

采用激光干涉法测量材料线膨胀系数时,需要样品表面有足够的光反射强度,以便能够采集、测量干涉条纹变化。加热过程中,由于材料发生形变和相变,样品表面质量会发生变化,因此,在高温环境下,很难保证材料表面质量达到实验要求。目前,能利用激光干涉法测量材料在高温环境下的线膨胀系数的装置很少,国际上参考物质标样(尤其超过 800K 的参考物质)非常少。例如,在美国目前 NIST 只有以下 3 种参考物质:

- SRM731——硼硅酸盐玻璃,标样温度从 80 K 到 680 K;
- SRM736——铜,标样温度从 20 K 到 800 K;
- SRM738——不锈钢,标样温度从 293 K 到 980 K。

其中不锈钢标样的温度可保证的只是 293 K 到 780 K,780 K 以上的数据只是参考数据。由此可见,超过 800 K 以上的参考物质目前是一个空白。从公开发表的文献看,目前只有文献[3]给出的数据达到了 1 100 K。

本文通过对中国计量科学研究院自行设计的基于激光干涉法材料线膨胀率的高准确度测量装置进行改进,使其在高温环境下能测量一些材料的线膨胀系数。在 300 K 到 770 K 温度范围内,采用 NIST 标样 SRM738 作为试样,该装置测量结果与 NIST 公布值的相对偏差在 1.7% 以内。通过改进该装置,实现了在 800 K 到 1 200 K 温度范围内单晶硅试样线膨胀系数的测量。

2 测量装置

该测量装置主要包括真空炉、激光干涉仪、电测系统、温控系统。

2.1 真空炉

图1为真空炉结构简图。整个装置为不锈钢结构。光学系统放在内外罩之间的低膨胀率石英台上。样品炉为三段加热炉,置于内罩里的不锈钢架

上。样品炉及光学系统都处于真空环境下,可以保证测量光路和参考光路工作环境相同且减少对流换热。样品水平放置,其两端可以自由伸缩,长度应为 50 mm 左右,直径 10 mm 左右,放置在炉子中部,且两截面为高反射率镜面,对于透光性材料一般采取表面镀银膜,所镀膜的厚度通常为几十纳米的量级,对测量的影响可以忽略不计;非透光性材料表面要进行研磨。

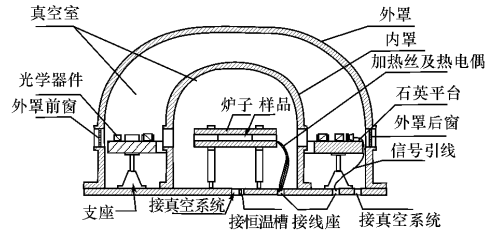


图1 真空炉结构简图

Fig. 1 Structure of vacuum furnace

2.2 激光干涉仪

激光干涉仪如图2所示。其激光器采用中国计量科学研究院研制的稳频氦氖激光器,在真空中的波长为 632.99 nm,频率稳定性总体相对扩展不确定度为 5×10^{-8} 。干涉仪干涉原理为:稳频氦氖激光器出射的激光经过偏振分光镜和扩束镜后入射到偏振分光镜上,被分成 2 束,其中 1 束入射到样品的前 1 个表面上,经样品反射后再次经过偏振分光镜,该光束为测量光;另一束被 2 个反射镜反射后也再次回到偏振分光镜,为参考光。然后这 2 束光经过 2 个反射镜后入射到另一侧的偏振分光镜上再次被分开,其中测量光入射到样品的另一个表面,经样品反射后再次经过偏振分光镜;参考光被 2 个反射镜反射后也经过偏振分光镜,最后这 2 束反射光汇聚干涉,并经一普通分光镜分成 2 部分,通过 2 个偏振方向垂直的偏振片后 2 路干涉信号分别被光电二极管接收。2 个相邻温度点间样品膨胀所引起的激光光程差的一半即为样品的绝对膨胀量。

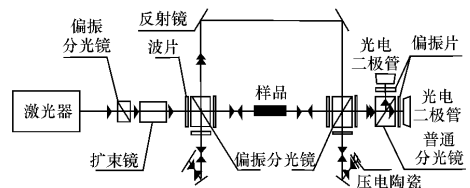


图2 激光干涉仪原理图

Fig. 2 Principle of laser interferometer

2.3 电测系统

图3为电测系统原理图。从干涉仪出来的2路信号,经放大移相后送入计数器,计算机通过5313D多通道数据采集卡读取计数器锁存器和A/D送出的数据,从锁存器中读的数据为大数,表示通过的干涉条纹数的整倍数,从A/D读取的数据为小数,表征干涉条纹非整数通过量。该测量系统的分辨率优于1 nm。示波器主要用来监视信号的状态。样品温度采用OMEGA公司生产的K型热

电偶,用8位半的数字多用表3458A来测量其热电势,其测量热电势精度能达到 10^{-4} mV。热电偶的热电势值经3458A数字多用表显示,同时可被送入计算机以便记录、采集。记录采集系统利用Visual Basic6.0作为开发工具,以windows系统为开发平台编写。该程序自动化程度高,操作方便。

2.4 控温系统

为了实现高温环境下材料线膨胀系数的测量,重新设计了高温加热炉。样品加热炉温控原理如图

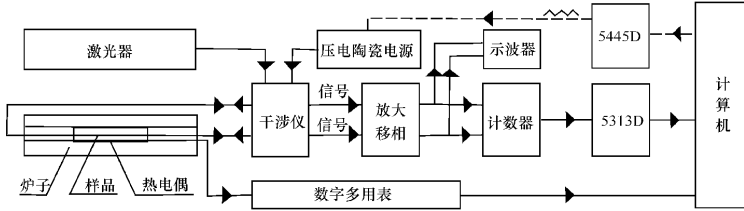


图3 电测系统图

Fig. 3 Diagram of electrical measuring system

4所示。炉子设计为3段加热,其外壁上绕铜管,铜管和恒温水浴槽相连接,恒温水浴槽设定在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,用来保持炉子外壁处在常温范围内,以减少温度变化对周围系统尤其是光学系统的影响。控制器选用高精度分辨率可编程PID调节器FR23作为主控制器,控制炉子中段温度,另2个PID调节器SR23作为辅控制器,跟踪主控,控制炉子2端温度。

验测量范围为 800 K 到 $1\ 200\text{ K}$ 。实验首先在常温下调整好光路,并抽真空,真空室真空度保持在 $2\times 10^{-2}\text{ Pa}$ 以下。第1次实验之前,先不放样品,把炉子加热到 $1\ 300\text{ K}$,并保持一段时间,使炉子内结构保持稳定。实验采用分段加热,启动控制器,使样品稳定在常温附近一段时间,记录下初始状态,然后开始加热。

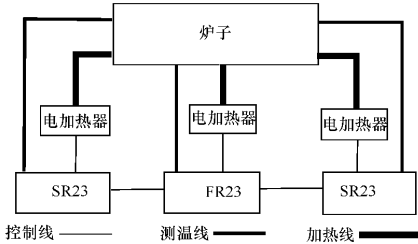


图4 加热炉温控原理图

Fig. 4 Principle diagram for temperature control of furnace

为了防止高温环境下炉子内壁材料发生变化,从而使加热炉的加热电流影响到热电势的测量,炉子内壁采用耐高温的钢玉管材料,以保证高温时加热丝之间不会相互导通。

3 实验

实验采用单晶硅做试样。根据测量要求,样品2个端面经研磨抛光处理使其达到一定的工艺要求。样品长为 50.23 mm ,实验升温步长约 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$,实

为了保证样品能正常膨胀,加热分段进行,一般先用 4 h 左右让炉子加热到低于设定温度 $3\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,然后用 1 h 缓慢加热到设定温度,最后让炉子保持在设定温度 $5\text{ h}\sim 6\text{ h}$,直到样品膨胀稳定。

图5为1次试验中试样温度随时间变化的曲线图。图6为对应试样长度随时间变化的曲线图。从2幅图的比较可以看出,试样的温度变化和长度变

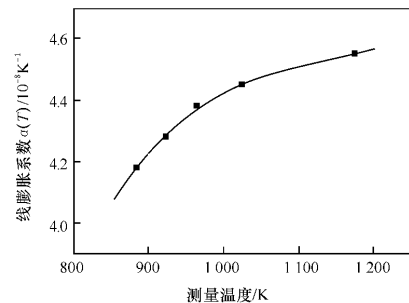


图5 热电势随时间的变化

Fig. 5 Variation of thermoelectrical potential with time

化基本保持一致,单晶硅在高温环境下的膨胀过程比较符合经典谐振模型。用NIST 标准样品不锈钢试样做实验时,采用同样的加热方式,实验发现不锈钢试样的长度变化明显滞后于温度变化。

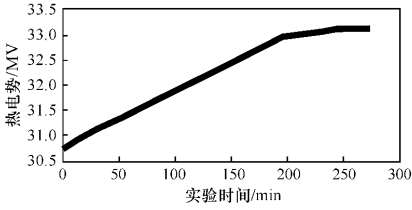


图6 样品长度随时间的变化

Fig. 6 Variation of specimen length with time

4 测量结果及对比

实验测量结果见表1。对测量数据进行曲线拟合的结果如图7所示。

表1 单晶硅试样线膨胀率测量结果

Table 1 Measured results of linear expansivity of monocrystalline silicon specimens

序号	温度/K	$\alpha^* (\times 10^{-6} K^{-1})$
1	883.70	4.18
2	924.11	4.28
3	965.01	4.38
4	1 025.89	4.45
5	1 175.06	4.55

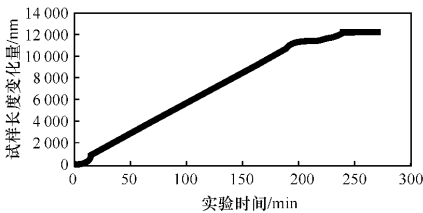


图7 测量结果曲线拟合

Fig. 7 Curve fitting of measured data

为了更直观地表现单晶硅线膨胀系数规律,我们对实验结果作了曲线拟合,拟合得到的曲线符合1个三次函数,拟合后的函数关系式为

$$\alpha(T)/(10^{-6}k^{-1}) = -16.763\ 07 + 0.055\ 4T - 4.850\ 82 \times 10^{-5}T^2 + 1.429\ 51 \times 10^{-8}T^3$$

通过与文献[3]给出的1种硅测量结果进行比较,该测量结果真实地反映了试样单晶硅的线膨胀系数随温度变化的情况。

6 结论

利用改进了的中国计量科学研究院建立的基于激光干涉法材料线膨胀系数的测量装置实现了材料高温环境下采用激光干涉法进行线膨胀系数的测量。该装置采用单频激光干涉来测量样品长度的变化,干涉仪采用样品水平放置,实现材料线膨胀系数的绝对测量。在800 K到1 200 K温度范围内,利用该装置对单晶硅试样进行测量,得到了单晶硅线膨胀系数随温度变化的曲线,实现了在1 200 K环境下采用激光干涉法对材料线膨胀系数的纳米级测量。

参考文献:

[1] XI Tong-kang. Thermal property of inorganic materials [M]. Shanghai: Shanghai Scientific & Technical Publishers, 1981.

[2] XI Tong-kang, WANG Mei-hua. Solid thermophysics properties introduction [M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 1987.

[3] HIROMICHI WATANABE N YAMADA, OKAJI M. Development of a laser interferometric dilatometer for measurements of thermal expansion of solids in the temperature range 300 to 1 300 K [J]. International Journal of Thermophysics, 2002, 23(2): 543-554.