

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ЗАЛЕЖНОСТІ ВИМІРЮВАНОЇ ТЕМПЕРАТУРИ ВІД ЧАСТОТИ АНТИСТОКСОВОЇ КОМПОНЕНТИ СПЕКТРА КОМБІНАЦІЙНОГО РОЗСІЮВАННЯ СВІТЛА ДЛЯ Al_2O_3

© Кривенчук Юрій, Микитин Ігор, Сегеда Олег, 2016

Національний університет “Львівська політехніка”, кафедра інформаційно-вимірювальних технологій,
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

Al_2O_3 – наноструктурований дрібнодисперсний порошок, який часто використовується як сорбент для очищення води, в матеріалознавстві, для виготовлення конденсаторів. Подано результати експериментальних досліджень спектрів комбінаційного розсіювання світла для Al_2O_3 у температурному діапазоні від 18 до 70 °С. Знайдено еквівалентну частоту антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла методом центра мас, також отримано аналітичні залежності еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла від температури. Досліджено залежність похибки апроксимації від кількості коефіцієнтів апроксимаційної кривої. Обладнання для експериментів: лазер $\nu = 632,9$ нм, спектроаналізатор MS 3501i, оптична схема з використанням вузькосмугового фільтра та призми. Дослідження проводили за нормальних умов.

Ключові слова: еквівалентна частота антистоксової компоненти спектра, спектри комбінаційного розсіювання світла.

Представлены результаты экспериментальных исследований спектров комбинационного рассеяния света для Al_2O_3 в температурном диапазоне от 18 до 70 °С. Найдено эквивалентную частоту антистоксовой компоненты спектра комбинационного рассеяния света методом центра масс, также получены аналитические зависимости эквивалентной частоты антистоксовой компоненты спектра комбинационного рассеяния света от температуры. Исследованы зависимость погрешности аппроксимации от количества коэффициентов аппроксимационной кривой. Оборудование для экспериментов: лазер $\nu = 632,9$ нм, спектроанализатор MS 3501i, оптическая схема с использованием узкополосного фильтра и призмы. Исследования проводились при нормальных условиях.

Ключевые слова: эквивалентная частота антистоксовой компоненты спектра, спектры комбинационного рассеяния света.

On the basis of Raman known at present are two ways to measure temperature. The first and most more common method of measuring temperature by Raman intensity is dependent stokes and antistokes Raman component. This method is relatively simple to implement, since change with temperature integrated area antistokes and stokes component. This method of temperature measurement by Raman has good sensitivity and accuracy, but has several significant drawbacks. The main drawback is a methodological error that occurs as a result of determining the area of integrated antistokes and Stokes components. Spectrophotometer to measure consistently first Stokes then antistokes component of Raman spectroscopy, the measurement time of stokes components of the object and is heated by laser heating antistokes components that it leads to error. Another way is to measure the frequency shift Raman. To measure the temperature shift frequency Raman enough to determine just antistokes component Raman spectroscopy. To measure the temperature shift frequency Raman frequency is not appropriate to use a spectrophotometer and spectrum analyser. The peculiarity of the spectrum analyser is that it measures only antistokes component, and the full range of a whole, not just a stepping stone that can reduce the methodological error. Also unconditional significant advantage of this method within the temperature measurement by Raman is speed. By comparison when measuring the temperature integrated area ratio of the maximum speed is 13 seconds, and the Raman shift frequency of 1 second. By reducing the measurement time is reduced further methodological error caused by heating of the object studied laser. Therefore, based on this method conducted research described in the article. The results of experimental studies Raman spectroscopy for Al_2O_3 in the temperature range of 18 to 70 °С. Each point temperature for 10 implementations derived components range antistokes Raman method of centre of mass calculated value equivalent frequency components antistokes Raman spectroscopy, and the average value of the equivalent frequency components antistokes range and

uncertainty determine an equivalent frequency components antistokes. Analytical dependences equivalent frequency components antistokes Raman spectrum of temperature. The dependence of error of approximation of the number of coefficients approximating curve for each of the objects, and certainly the best number of factors. Equipment using experiments were conducted: laser $\nu = 632,9$ nm spectrum analyser MS 3501i, optical circuit using a narrow band filter and prism, studies were conducted under normal conditions.

Key words: *equivalent frequency spectrum components antistokes, Raman spectrum.*

Вступ. У діапазоні температур від 18 °С до 70 °С із кроком 1 °С для кожної температури вимірювали десять реалізацій спектра антистоксової компоненти комбінаційного розсіювання світла (КРС) для Al_2O_3 . У кожній температурній точці для десяти отриманих реалізацій спектра методом центра мас розраховували значення еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра (ЕЧАКС), а також усереднене значення ЕЧАКС та непевність визначення ЕЧАКС КРС.

Виклад основного матеріалу. На рис. 1, а подано спектри антистоксової компоненти КРС для Al_2O_3 за температури 38 °С, відповідні значення ЕЧАКС КРС, які розраховані методом центра мас, та усереднене значення ЕЧАКС КРС (рис. 1, б). Також у таблиці подано результати дослідження залежності ЕЧАКС

КРС від температури та непевності визначення середнього значення ЕЧАКС КРС за експериментально отриманими спектрами антистоксової компоненти КРС для Al_2O_3 з кроком 3 °С.

За результатами досліджень (див. таблицю) непевність визначення значень ЕЧАКС КРС у діапазоні температур від 18 °С до 70 °С для Al_2O_3 не перевищує 0,068 cm^{-1} . Враховуючи значення температури T та середні значення ЕЧАКС КРС m_ν (див. таблицю), отримали інтерполяційне рівняння, яке описує залежність ЕЧАКС КРС від температури:

$$\nu = A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4 + FT^5, \quad (1)$$

де $A=4529,94, cm^{-1}, B= 10,81, cm^{-1}/^{\circ}C, C= -0,38, cm^{-1}/(^{\circ}C)^2, D=-2,04 \cdot 10^{-5}, cm^{-1}/(^{\circ}C)^3, E= 2,56 \cdot 10^{-7}, cm^{-1}/(^{\circ}C)^4, F= -1,19 \cdot 10^{-9}, cm^{-1}/(^{\circ}C)^5, \nu$ – ЕЧАКС КРС, cm^{-1}, T – температура, °С.

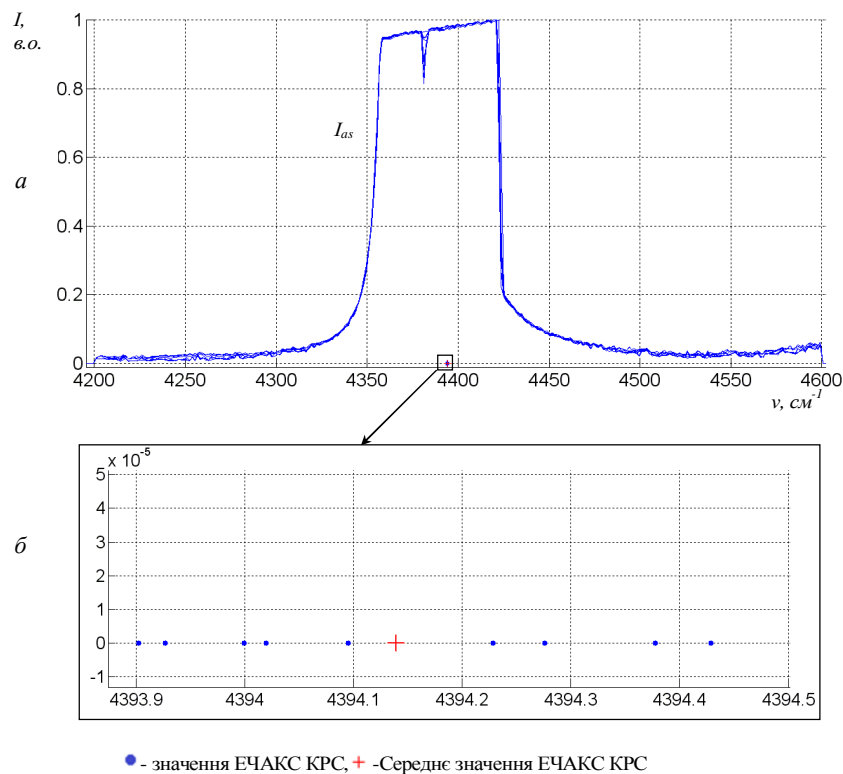


Рис. 1. Результати дослідження спектрів КРС для Al_2O_3 : а – спектри антистоксової компоненти КРС за температури 38 °С; б – відповідні значення ЕЧАКС КРС та усереднене значення ЕЧАКС КРС

Fig. 1. Research results Raman spectra for Al_2O_3 : а – Raman spectra antistokes components of the temperature 38 °С; б – respective values Raman shift and Raman the average value Raman shift

Залежність середнього значення ЕЧДАКС КРС від температури та невпевність визначення середнього значення ЕЧДАКС КРС для Al_2O_3
 The dependence of the mean temperature Raman shift uncertainty and determine the average value for the Raman shift Al_2O_3

T, °C	Значення ЕЧДАКС КРС ν , cm^{-1}										mv, cm^{-1}	Dv, cm^{-2}	σ_v , cm^{-1}	σ_v , cm^{-1}
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
18	4600,85	4600,88	4600,87	4600,88	4600,85	4600,86	4600,91	4600,86	4600,88	4600,87	4600,87	0,000275213	0,017	0,053
19	4597,55	4597,55	4597,56	4597,56	4597,56	4597,54	4597,55	4597,57	4597,56	4597,55	4597,55	6,1408610-5	0,008	0,025
20	4593,44	4593,46	4593,44	4593,47	4593,49	4593,45	4593,46	4593,49	4593,44	4593,48	4593,48	0,000345005	0,019	0,059
24	4569,44	4569,44	4569,45	4569,46	4569,49	4569,48	4569,47	4569,47	4569,47	4569,49	4569,47	0,000268087	0,016	0,052
28	4533,21	4533,21	4533,23	4533,25	4533,24	4533,20	4533,25	4533,20	4533,21	4533,21	4533,21	0,000323338	0,018	0,057
32	4484,71	4484,73	4484,72	4484,74	4484,74	4484,75	4484,75	4484,72	4484,76	4484,76	4484,76	0,000278228	0,017	0,053
36	4424,02	4423,98	4424,04	4424,00	4424,00	4424,04	4424,03	4424,00	4423,98	4423,99	4424,01	0,000436959	0,021	0,066
38	4394,08	4394,04	4394,08	4394,03	4394,03	4394,06	4394,03	4394,06	4394,4	4394,36	4394,65	0,000420344	0,021	0,065
42	4309,99	4309,95	4309,98	4309,99	4309,96	4309,98	4309,98	4309,96	4309,99	4309,95	4309,97	0,000212617	0,015	0,046
46	4218,65	4218,66	4218,63	4218,64	4218,68	4218,63	4218,66	4218,65	4218,65	4218,66	4218,65	0,000228031	0,015	0,048
50	4115,09	4115,08	4115,07	4115,07	4115,08	4115,07	4115,06	4115,09	4115,08	4115,09	4115,08	0,00012133	0,011	0,035
54	3999,29	3999,27	3999,27	3999,26	3999,25	3999,27	3999,30	3999,27	3999,28	3999,26	3999,27	0,000132939	0,012	0,037
58	3871,22	3871,21	3871,24	3871,22	3871,23	3871,22	3871,24	3871,26	3871,21	3871,24	3871,23	0,000232662	0,015	0,048
62	3730,94	3730,97	3730,97	3730,93	3730,94	3730,93	3730,96	3730,96	3730,93	3730,95	3730,95	0,000227809	0,015	0,048
66	3578,43	3578,43	3578,45	3578,41	3578,39	3578,40	3578,39	3578,42	3578,44	3578,42	3578,42	0,000372931	0,019	0,061
70	3413,64	3413,64	3413,64	3413,64	3413,63	3413,68	3413,67	3413,68	3413,68	3413,63	3413,65	0,000463327	0,022	0,068

У таблиці застосовано такі позначення: T – температура, за якої отримано спектри ангістоксової компоненти КРС; ν – магнетичне сподівання ЕЧДАКС КРС; D_ν – дисперсія ЕЧДАКС КРС; σ_ν – середньоквадратичне відхилення ЕЧДАКС КРС; σ_ν – невпевність визначення значення ЕЧДАКС КРС.

На рис. 2 подано залежнiсть ЕЧАКС КРС вiд температури для Al_2O_3 та криву, побудовану за iнтерполяцiйним рiвнянням (1).

Абсолютна похибка апроксимацiї становить $0,012\text{ }^\circ C$, вiдносна похибка – 0.00031% . Враховуючи вираз (1), абсолютна похибка розрахунку ЕЧАКС КРС за iнтерполяцiйним рiвнянням описується виразом:

$$\Delta v = (BT + 2CT^2 + 3DT^3 + 4ET^4 + 5FT^5) \cdot \Delta T. \quad (2)$$

З урахуванням з (2) абсолютна похибка розрахунку значення температури описується виразом:

$$\Delta T = \frac{\Delta v}{BT + 2CT^2 + 3DT^3 + 4ET^4 + 5FT^5}. \quad (3)$$

Перейшовши вiд абсолютних значень похибки до вiдносних, отримаємо:

$$dv = \frac{\Delta v}{v} = \frac{BT + 2CT^2 + 3DT^3 + 4ET^4 + 5FT^5}{A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4 + FT^5} \cdot dT. \quad (4)$$

тодi

$$dT = \frac{A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4 + FT^5}{BT + 2CT^2 + 3DT^3 + 4ET^4 + 5FT^5} \cdot dv. \quad (5)$$

Якщо перейти вiд похибок до непевностей, вираз (5) матиме вигляд:

$$uT = \left| \frac{A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4 + FT^5}{BT + 2CT^2 + 3DT^3 + 4ET^4 + 5FT^5} \right| \cdot uv. \quad (6)$$

На рис. 3 наведено залежнiсть непевностi визначення температури вiд непевностi знаходження еквiвалентної частоти антистоксової компоненти спектра КРС.

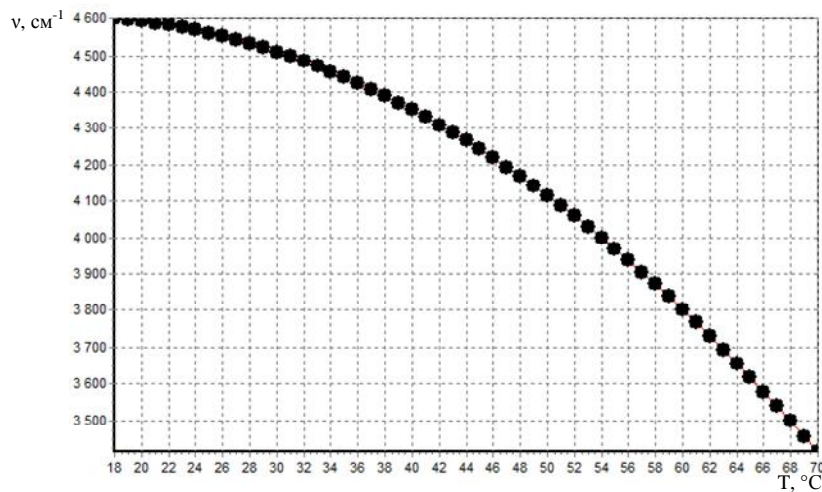


Рис. 2. Залежнiсть зсуву ЕЧАКС КРС вiд температури для Al_2O_3

Fig. 2. Dependence Raman shift of temperature for Al_2O_3

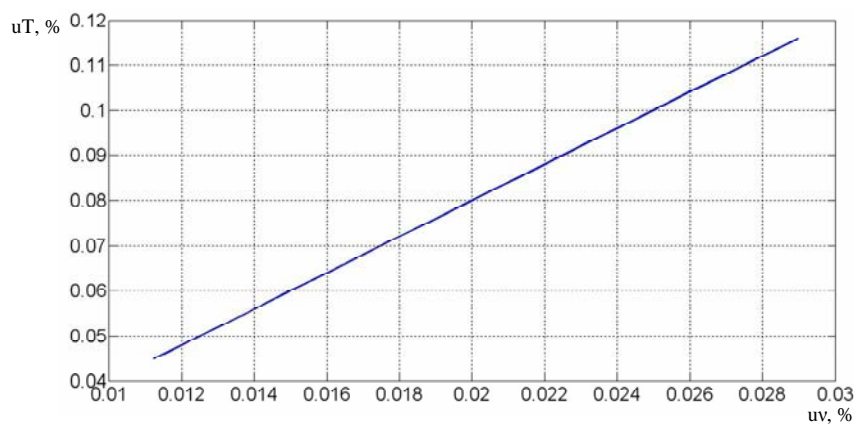


Рис. 3. Залежнiсть непевностi визначення температури вiд непевностi знаходження ЕЧАКС КРС для Al_2O_3

Fig. 3. Dependency uncertainty of determining the temperature of uncertainty Raman shift for Al_2O_3

Висновки. У статті здійснено опрацювання експериментально отриманих спектрів комбінаційного розсіювання світла, визначено значення еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла за різних температур. Отримано залежності еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла від температури та непевність визначення середніх значень еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра для Al_2O_3 . Одержано інтерполяційне рівняння залежності еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла від температури. Також отримано залежність непевності визначення температури від непевності визначення еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла. Вона дасть змогу за певної непевності вимірювання температури визначити вимоги до непевності вимірювання частоти зсуву еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла або за отриманою непевністю визначення частоти зсуву еквівалентної частоти антистоксової компоненти спектра комбінаційного розсіювання світла розрахувати непевність вимірювання температури.

Робота виконана за держбюджетною темою МОН України 0113U003188.

1. Stadnyk B., Yatsyshyn S., Sehedo O., Kryvenchuk Yu. *Metrological Array of Cyber-Physical Systems. Part 8. Elaboration of Raman Method // Sensors & Transducers.* – 2015. – Vol. 189, Issue 6. – P. 116–120. 2. Sehedo O., Kryvenchuk Yu. *Дослідження впливу неідеальності геометричної форми зразка на результат вимірювання температури методом комбінаційного розсіювання світла // Вимірювальна техніка та метрологія.* – 2012. – № 73. – С. 28–31. 3. Rong Haisheng; Jones, Richard; Liu Ansheng; Cohen Oded; Hak Dani, Fang Alexander, Paniccia Mario. *A continuous-wave Raman silicon laser // Nature.* – P. 725–728. 4. Grubb S. G.; Erdogan T.; Mizrahi V.; Strasser T.; Cheung W. Y.; Reed W. A.; Lemaire P. J.; Miller A. E.; Kosinski S. G.; Nykolak G.; Becker P. C.; Peckham, D. W. *1.3 μm Cascaded Raman Amplifier in Germanosilicate Fibers // Optical Amplifiers and their Applications Topical Meeting.* 5. Wang Xinwei. *Experimental Micro Nanoscale Thermal Transport // John Wiley & Song, Canada, 2012.* 6. Michalski L. *Temperature Measurement. Second edition // John Wiley & Song, Canada, 2012.* 7. John X. J. Zhang, Kazunori Hoshino. *Molecular Sensors and Nanodevices // Springer Science & Business Media, USA, 2013.*