

折射率温度系数测定仪升降温装置 和自动控制系统的研究

段文琴 王嘉禄 张兆兰

摘要: 本文阐述了折射率温度系数测定仪中的升降温装置及自动控制系统。所设计的真空炉具有稳定的温度场。升降温速率及真空度均符合技术要求。其中半导体致冷线性降温的自动控制,则是一个新的尝试。

一、前 言

折射率温度系数测定仪是用来测量光学材料折射率随温度而变化的性能。在此仪器中,温度条件是决定性因素之一。在测量过程中,温度场的均匀度、温控的稳定性及测温的准确性,均直接影响折射率温度系数的测量精度。

国外折射率温度系数测定仪,所使用的低温部分,有冷媒循环型、液氮致冷型^{[1][2][3]}等。高温部分多为电阻丝加热型。控温精度可达 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$,但控温方式没有详细报导。

国内所用致冷方式,多采用冷媒致冷,到最低温度后,再用电阻丝加热方式,使之由低温到室温或致冷后令其自然升温至室温。这样显然不能实现线性控温。

折射率温度系数的测量是在均匀温度场的匀速升降温过程中进行的。因此,精密控温装置是必需的。本仪器中高温炉是采用电阻丝加热方式,低温炉是采用半导体致冷器,并用一台温度数字程序控制仪控制高、低温两套主回路的控制系统,满足了实验要求。

二、升降温装置

1. 升降温装置的技术要求

根据仪器总体的技术指标,对炉体提出如下要求:

- (1) 炉体能满足 $-40^{\circ}\text{C}\sim +80^{\circ}\text{C}$ 温度范围的测量。
- (2) 样品区应为均匀的温度场,根据测试样品尺寸的要求,炉腔内要有 $\phi 25 \times 40\text{mm}$ 的均匀区,其温度梯度小于 $0.2^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 。
- (3) 控温方式为自动程序控制,其速率根据实验可任意选择。
- (4) 要求线性升降温,速率偏差不大于 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。
- (5) 炉腔内真空度不低于 0.1Torr 。
- (6) 在整个测量过程中样品位置稳定。

2. 升降温装置的设计及选材

根据技术要求,测量低温段要达到 -40°C 。为了避免使用冷媒,并实现线性降温,因此采用半导体致冷降温。但因致冷器不能长期置于高于 $+50^{\circ}\text{C}$ 的环境下,所以高低温炉体必须分开。为进行绝对测量,将炉腔抽空。所以炉体为真空炉。

高温真空炉的测量温度范围为 +20℃—+80℃。用镍铬电阻丝绕制而成。低温真空炉测量温度范围为 -40℃—+20℃，用三级半导体致冷板组成。炉体结构如图1所示。设计及选材如下：

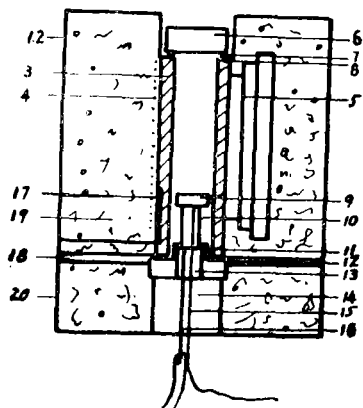


图1 炉体结构

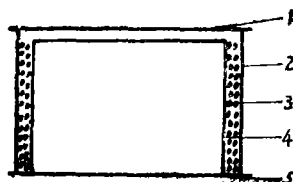


图2 防霜窗口

- | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------------|------|-------|----------|--------|--------|--------|------|----------|-----------|---------|---------|---------|--------|--------|--------|-------------|--------|----------|
| 1、2—真空炉上节(高温炉、低温炉) | 3—炉腔 | 4—加热丝 | 5—半导体致冷器 | 6—防霜窗口 | 7—真空垫圈 | 8—倾斜垫圈 | 9—样品 | 10—石英样品架 | 11—聚四氟乙烯座 | 12—真空垫圈 | 13—钢制炉座 | 14—微晶垫块 | 15—测温偶 | 16—抽空管 | 17—控制偶 | 18—聚四氟乙烯隔热板 | 19—保温层 | 20—真空炉下节 |
|--------------------|------|-------|----------|--------|--------|--------|------|----------|-----------|---------|---------|---------|--------|--------|--------|-------------|--------|----------|

(1) 为获得均匀温度场，并有足够的热交换区，采用导热性能优良的金属铜制成 $\phi 50 \times 200\text{mm}$ 的圆形炉腔，样品放置于 $\phi 25 \times 40\text{mm}$ 范围内。实验结果表明，可以保证样品区温度的均匀性达到技术要求。

(2) 为使炉腔内形成稳定空间，采用导热性能差的玻璃制成窗口，用以隔热、透光及防止气流波动。进行低温测量时，可在窗口上加一个防霜窗口。如在湿度很大地区使用，可在窗口附近加一仪用风扇，也可防止窗口结霜。

(3) 防霜窗口(见图2)用两块 $\phi 60 \times 2\text{mm}$ 透光度好的玻璃板作上、下底板。用 $\phi 55 \times 40\text{mm}$ 及 $\phi 45 \times 38\text{mm}$ 的两个玻璃管作窗口壁的外层和内层。两层以同心形式用高强度密封胶合在底板上。在内外夹层中放入干燥剂。再将它们进行充分烘烤干燥。然后再用胶将上板封在外壁上。这样使窗口内形成一个空气稀薄的干燥腔。在一般湿度的地区使用均可达到防霜的效果。

(4) 为了不使热量散失，炉腔与炉壳的连接件和炉体上下节接触的部分及通向炉腔的抽气件，均用耐高温和绝热性良好的聚四氟乙烯制成。

(5) 为获得稳定的控温效果，将控制偶镶嵌在炉腔外壁 $150 \times 5 \times 5\text{mm}$ 的槽内。以便将炉体本身的热电势讯号及时送给比较器。

(6) 为使炉腔达到 0.1Torr 以上的真空度，对炉腔所有的接口处，在加工要求方面有较高的平面度和光洁度，并于连结处加氟橡胶真空圈。

(7) 为使窗口的反射光偏离光路，在窗口下加一楔角为 $20'$ 的倾斜垫圈。

(8) 在测量过程中样品不能产生微小的移动，需要采用膨胀系数较低的材料。如用熔石英棒做样品架，用钢制做底座，用微晶玻璃做炉底垫块，可避免由于材料的热膨胀而导致的样品位移，以及产生干涉条纹移动所带来的误差。

(9) 为便于更换高、低温炉及取送样品，设计了炉体升降器，可自动提升或降落炉体。

三、控温系统的设计

1. 控温系统的设计要求

由于炉体分高温低温，所以要求控温系统能够使高温炉匀速直线升温，低温炉能够匀速直线降温。对于高温电热炉是很容易达到的，而在低温中使用半导体致冷器降温，这在光学测试中是首次。正常使用的半导体致冷器，厂家只提供一般的三相整流电源，最佳工作电流为22A，工作电压为48V。其降温曲线是非线性的。而实验中所要求的是线性降温，如图3所示。这就需要设计一个对半导体致冷器线性降温控制系统。

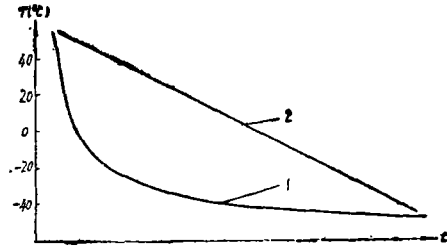


图3 致冷器降温曲线

- 1—为常规状态下致冷器降温曲线
- 2—实验要求的降温曲线

2. 控温系统原理

由于控温对象是两个炉体，所以控制系统分为两个回路，其原理如方框图4。

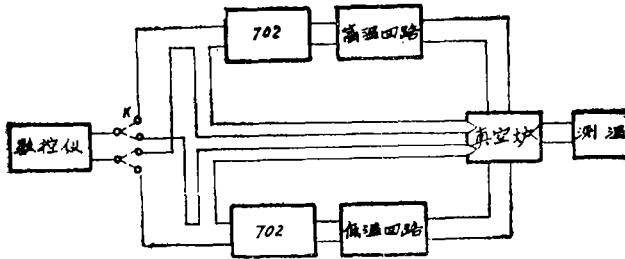


图4 控温原理方框图

图中K为选择开关，选择加热或致冷回路用。上路为高温炉升温控制回路，下路为低温炉致冷降温回路，两路控制原理一样，仅功率回路不同。因为不在同时使用，所以可以用一台数控仪控制。

控温原理：本系统用铜-康铜热电偶作为控制元件。可测出炉体即时温差热电势。测量炉体温度，数控仪按实验要求给出毫伏数，二者进行比较。若热电偶的热电势与数控仪给定的毫伏值有偏差，说明炉温偏离了给定值。此偏差经过微伏放大送入PID调节器。再经可控硅触发器去推动功率回路，以调节其输出功率，使偏差值迅速消除，达到控温目的。

数控仪为数字存贮式温度程序控制仪。它可选择升温、降温和恒温控温方式，并可选择升、降温速率及恒温时间。也能方便的将变温程序送入数控仪。控温时，数控仪按设定程序给出符合要求的毫伏值。经系统控制，给真空炉以一定功率电流进行升温或降温。按预先设定的变温曲线变化，达到测量要求。数控仪可显示温度值和时间值，这有利于在送入变温程序时避免出错，也利于执行时作及时监视。

这一闭环控温系统，在晶体生长、玻璃熔制及精密退火等高温控温中，应用效果较好。但在100℃以下的低温范围效果欠佳。为达到本装置的要求，选用了稳定性好的数控仪及高

灵敏度的控温仪，绕制小功率的加热电炉。使加热功率负载及炉体保温特性等很好匹配，达到了炉温升温速率稳定的实验要求。

半导体致冷器的致冷功率回路如图 5。

对半导体致冷器的线性控温工作是第一次尝试。用二只可控硅和二只整流二极管组成单相桥式整流电路。采用大电感和大电容组成 π 形滤波器，以减小纹波系数。但此滤波节构成了可控硅的感性负载。为防止感性负载的持续电流流进可控硅，引起可控硅失控。在桥路中采用二只整流二极管兼作续流二极管用，提供放电回路。实验结果表明，所设计的致冷功率回路，实现了线性降温的要求。

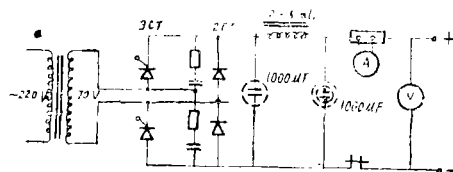


图 5 致冷功率回路

3. 其它辅助部分

(1) 在升温回路中，为了调节升温速率，并使其稳定，加入一个降压变压器。其输出电压为 100V、120V、160V 三组，可得到不同的功率，以满足不同升温速率的要求。

(2) 半导体致冷器工作时，需用循环水冷却，否则会烧坏致冷器。为了防止断水时发生意外，在回路中加入断水保护装置。其工作原理如图 6。当温度升高时，JQX—1 温度继电器开路，以便在冷却水出故障时及时切断总电源。

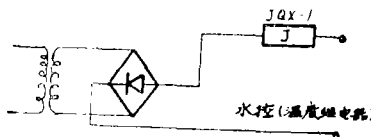


图 6 断水保护原理

四、升降温装置及控温系统联调实验

本控温系统所控制的升降温装置，满足设计的技术要求。实验结果如下：

1. 均匀温度场

以省计量局检验标定的三支铜-康铜热电偶同时测出炉腔中径向不同位置恒温状态下的热电势及炉腔不同深度的热电势。电偶径向位置如图 7 所示。轴向位置如图 8 所示。

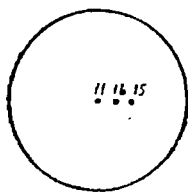


图 7 电偶径向位置(11、16、15为电偶编号)

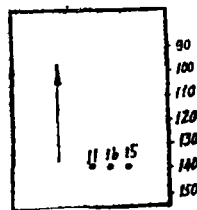


图 8 电偶轴向位置(11、16、15为电偶编号)

将三支偶按同一水平位置使其间距为 6.5mm。令一偶在 $R = 0$ 位置，可在恒温条件下，测出径向不同位置的温度，再将三支偶同时沿轴向放置在不同深度，测量恒温状态下炉腔轴向不同位置的温度。电偶编号为 11, 16, 15。

其结果如表 1 (高温炉) 及表 2 (低温炉)。

其炉温分布如图 9 (轴向) 及图 10 (径向) 所示。

从测量表及分布图可以看出，在炉腔 $\phi 25 \times 40$ mm (即径向 $R = 0 \sim 13$ mm 轴向 100~140mm) 范围内，温度梯度小于 $0.2^\circ\text{C}/\text{cm}$ ，即为样品区温度均匀。

表 1 高温炉温度分布

炉腔 深度mm	电偶编号		11		16		15	
	测量值		mV	℃	mV	℃	mV	℃
	150	2.477	60.159	2.475	60.113	2.468	59.955	
140	2.486	60.204	2.485	60.227	2.474	60.290		
130	2.495	60.567	2.495	60.567	2.490	60.454		
120	2.501	60.703	2.500	60.680	2.495	60.567		
110	2.500	60.680	2.500	60.680	2.498	60.635		
100	2.495	60.567	2.495	60.567	2.483	60.295		
90	2.478	60.181	2.479	60.204	2.475	60.113		

轴向平均炉温偏差0.2℃/cm

径向平均炉温偏差以120mm处为例为0.1℃/cm

表 2 低温炉温度分布

炉腔 深度mm	电偶编号		11		16		15	
	测量值		mV	℃	mV	℃	mV	℃
	150	-0.454	-11.922	-0.455	-11.949	-0.452	-11.842	
140	-0.452	-11.869	-0.452	-11.869	-0.450	-11.815		
130	-0.450	-11.815	-0.451	-11.842	-0.450	-11.815		
120	-0.450	-11.815	-0.451	-11.842	-0.450	-11.815		
110	-0.450	-11.815	-0.450	-11.815	-0.450	-11.815		
100	-0.449	-11.788	-0.448	-11.761	-0.450	-11.815		
90	-0.443	-11.627	-0.443	-11.627	-0.440	-11.547		

轴向偏差低于0.2℃/cm

径向偏差低于0.1℃/cm

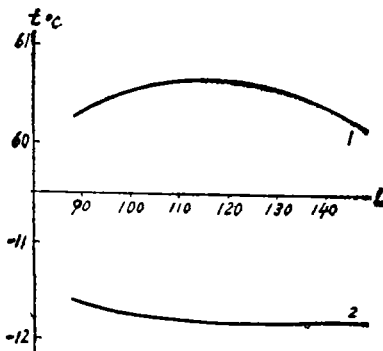


图 9 轴向温度分布
1—高温炉 2—低温炉

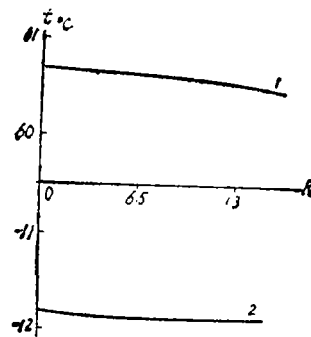


图10 径向温度分布
1—高温炉 2—低温炉

2. 稳定的升降温速率

该控温系统是可以任选升降温速率的。实验结果表明升温速率小于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，降温速率小于 $0.3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 为宜，可获得稳定的升降温速率。以实验为例见表 3（升温速率）及表 4（降温速率）。

表 3 升温速率计算

分段	速率 mV/min	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	偏差 $^{\circ}\text{C}$
1	0.0015	0.38	-0.02
2	0.0016	0.40	0
3	0.0017	0.43	+0.03
4	0.0014	0.35	-0.05
5	0.0017	0.43	+0.03
平均	0.0016	0.40	

最大升温速率偏差 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$

表 4 降温速率计算

分段	速率 mV/min	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	偏差 $^{\circ}\text{C}$
1	0.009	0.23	-0.02
2	0.010	0.25	0
3	0.012	0.30	+0.05
4	0.010	0.25	0
5	0.008	0.20	-0.05
平均	0.010	0.25	

最大降温速率偏差 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$

由表 3、4 可见，升降温速率的最大偏差是 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。在折射率温度系数测量中，满足了温度线性变化的要求。

3. 样品温度滞后效应的消除

实验中双笔函数记录仪所记录的曲线如图 11。 x 为时间轴， y 为能量轴。图中 $T-t$ 为升温曲线。波形线为条纹变化曲线。

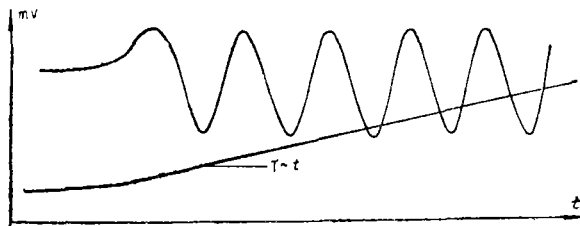


图 11 干涉条纹与温度对应曲线

当升降温速率小于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 时，温度曲线与条纹曲线有很好的对应关系。在温度笔波动 $0.25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，条纹记录笔就有反应。当温度线性变化时，条纹的变化是均匀的。温度变化速率小时，条纹间隔拉宽。当温度速率大时，条纹也随之变密。实验现象如图 12。

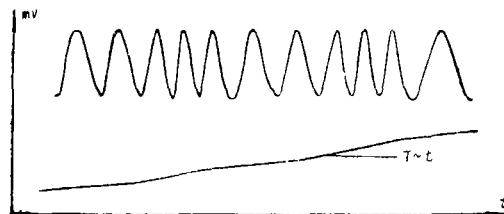


图 12 干涉条纹与升温速率的关系

此现象说明测量偶所示的温度值与样品本身的温度变化是完全符合的。因此，可以认为所测温度即为样品温度，玻璃本身在这种升温速率的条件下，滞后效应是可以忽略的。如果在测升温时，把样品温度降低些，在测降温时，把样品温度升高些，在升降温过程中，使线性过室温 20°C 点。这样在末温度 $+80^{\circ}\text{C}$ 和 -40°C 也为线性时，样品的开始与终了温度的滞后效应是一致的。在计算此温度范围的条纹变化量时，滞后带来的误差就可以抵消，所以在测量中是可以认为无滞后效应。

在整个控温系统中真空度可达 10^{-1}Torr 到 $4 \times 10^{-2}\text{Torr}$ 。满足绝对测量时对真空度的要求。

五、结 束 语

本控温系统满足了光学材料折射率温度系数测定仪对温度的要求。实现了自动升降温的控制。温度范围 $-40^{\circ}\text{C} \sim +80^{\circ}\text{C}$ ，升温速率从 $0.15^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，可任意选择。其稳定性是 $0.05^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，样品区温度梯度小于 $0.2^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 。

在研制工作中得到天津致冷器厂、长春无线电二厂及伊通电器厂的大力协助，在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] C.J.Parker, W.A. Popov, Experimental determination of the effect of temperature on index and optical path length of glass, Appl. Opt., 1971, 10, No 4, 2123.
- [2] 小村田藤夫, 马渡正秀等; F系, SF系光学, 屈折率の温度, 变化の检讨, 光学技术コンタクト, 1978, 16, 8, 29.
- [3] Roy M. Waxler and G.W. Cleek, The effect of temperature and pressure on the refractive index of some oxide glasses, J. Res. Nat. Bur. Stand., 1973, 77A, 6—755.

**Developments of Systems for Rising and Dropping the Temperature
and for Automatically Controlling in an Instrument for Measuring
the Temperature Coefficient of Refractive Index**

Duan Wenqin Wang Jialu Zhang Chaolan

Abstract

An automatic control system for measuring temperature coefficient of refractive index are described in this paper. The vacuum furnace can provide a stable temperature field. Both the rate of rising and dropping temperature and degree of vacuum conform to the technical needs. Especially the linear automatical control of dropping the temperature by semiconductor cooling is a new trial.