

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 537.638.5

СОВРЕМЕННЫЕ БЕСКОНТАКТНЫЕ ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТОКАЛОРИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА

© 2023 г. А. П. Каманцев^{a, *}, А. А. Амиров^b, Д. М. Юсупов^b, Л. Н. Бутвина^c, Ю. С. Кошкидько^d,
А. В. Головчан^{a, e}, В. И. Вальков^e, А. М. Алиев^b, В. В. Коледов^a, В. Г. Шавров^a

^aИнститут радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,
ул. Моховая, 11, корп. 7, Москва, 125009 Россия

^bИнститут физики им. Х.И. Амирханова ДФИЦ РАН, ул. М. Ярагского, 94, Махачкала, 367003 Россия

^cИнститут общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Научный центр волоконной оптики им. Е.М. Дианова,
ул. Вавилова, 38, Москва, 119333 Россия

^dИнститут низких температур и структурных исследований им. В. Тшебятковского ПАН,
ул. Окульна, 2, Вроцлав, 50-422 Польша

^eДонецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, ул. Р. Люксембург, 72, Донецк, 283048 Россия

*e-mail: kaman4@gmail.com

Поступила в редакцию 18.06.2023 г.

После доработки 09.08.2023 г.

Принята к публикации 14.08.2023 г.

Большой проблемой в магнитных и, в частности, магнитокалорических исследованиях является точное измерение температуры материалов, особенно в сильных импульсных и переменных магнитных полях. Недостатками используемых контактных датчиков температуры (микротермопар и пленочных терморезисторов) являются: (1) влияние электромагнитных помех на их показания, пропорциональное производной магнитного поля по времени, (2) их относительно длительное время отклика из-за тепловой инерции, (3) невозможность точного измерения температуры тонких и микроструктурированных образцов. Описанных трудностей можно избежать, используя бесконтактные оптические методы измерения температуры магнетиков в сильных магнитных полях. В настоящем обзоре дается описание современных бесконтактных оптических методов измерения магнитокалорического эффекта на примере известных материалов, приводится сравнительный анализ основных характеристик данных методов, таких как: максимальное магнитное поле, частота дискретизации, постоянная времени и спектральный диапазон детектора, погрешность и разрешение по температуре.

Ключевые слова: магнитокалорический эффект, бесконтактное измерение температуры, оптические методы, сильные магнитные поля, магнитоструктурные фазовые переходы

DOI: 10.31857/S0015323023601083, EDN: FSZCUW

ВВЕДЕНИЕ

Потребность в применении сильных магнитных полей наблюдается почти во всех областях физики: в физике твердого тела и высоких энергий, геофизике и биофизике. Использование сильных магнитных полей в физическом эксперименте позволяет лучше разобраться в тонких деталях физических явлений, сопровождающих процессы намагничивания твердого тела [1], глубже понять и изучить свойства материалов с магнитными фазовыми переходами (ФП). Несмотря на длительную историю как теоретических [2–5], так и экспериментальных [6–8] исследований твердотельных магнитных материалов с ФП, прямые экспериментальные методы исследования их тепловых свойств в сильных

магнитных полях остаются актуальными и на сегодняшний день.

В настоящее время во всем мире ведется активная разработка технологии магнитного охлаждения на основе твердотельных магнитных материалов с магнитными ФП, которые обладают высокими значениями магнитокалорического эффекта (МКЭ). Данный эффект заключается в изменении температуры магнетика при его адиабатическом намагничивании, или же изменении энтропии при его намагничивании в изотермических условиях [6–8]. Технология магнитного охлаждения основана на термодинамических циклах перекачки тепла при воздействии переменных магнитных полей. Интерес к энергоэффективной технологии магнитного охлаждения породил большое количество исследовательских работ и дал толчок

к созданию новых материалов с магнитными ФП [6–11]. Интерес к использованию сильных импульсных магнитных полей (СИМП) для исследования магнитокалорических свойств материалов с ФП возник сравнительно давно [12–14], что связано с возможностью создания адиабатического времени импульса магнитного поля. В последнее время увеличилось количество подобных исследований, начиная с 2010 г. в литературе появился целый ряд работ по прямым измерениям МКЭ в СИМП величиной до 620 кЭ и длительностью импульса порядка 1–10 мс [15–28]. Точное измерение температуры материалов в СИМП является проблемой, а прогресс в исследованиях затруднен из-за отсутствия стандартных методов измерения температуры на таких коротких временных интервалах в условиях сильных электромагнитных помех.

Для измерения адиабатического изменения температуры образцов в СИМП экспериментаторы используют различные типы датчиков температуры: терморезисторы Сегнох и RuO_2 [15], терморезисторы из золотой пленки [16–19], микротермопары с толщиной проводов 25 мкм [20–28]. Основным недостатком всех перечисленных контактных термодатчиков является воздействие электромагнитных помех на их показания, в том числе пропорциональные производной магнитного поля по времени (dB/dt). Влияние такой помехи (dB/dt) удастся учесть только при обработке полученных экспериментальных результатов. Следует отметить, что еще не создана общая теория расчета такого рода погрешности, но ряд экспериментальных работ [29–33] дает общую информацию для минимизации погрешности, обусловленной влиянием магнитного поля на термодатчики при прямых измерениях.

Еще одним недостатком перечисленных методов измерения температуры, несмотря на микронные размеры термодатчиков, является длительное (по сравнению с длительностью магнитного импульса) время отклика – порядка 1 мс – вследствие их тепловой инерции. Например, одним из путей создания низкоинерционных термопар является их изготовление из проводов субмикронных размеров, тогда время отклика может достигать 1 мкс [34]. Кроме того, при контактных измерениях необходимо использование достаточно больших, по сравнению с термодатчиками, образцов, чтобы избежать влияния термодатчика на образец, которое может проявляться как отвод/приток тепла или электрического потенциала через термодатчик, либо химическое воздействие. В этом случае точное измерение МКЭ в образцах в форме тонких пластин, фольг и лент, микроструктурированных или композитных материалах в сильных магнитных полях физически невозможно.

Всех описанных выше трудностей при измерении МКЭ можно избежать, если применять бесконтактные оптические методы измерения температуры [35–48]. Кратко обозначим известные методы по типу приемного устройства или использованному эффекту: термобатарея [35], мيراж-эффект [36–38], ИК-термография [39–42], модуляционная ИК-термометрия [43–45], ИК волоконно-оптический датчик температуры (ВОДТ) [46–48]. Обычно бесконтактные оптические методы измерения МКЭ применяются в магнитных полях до 20 кЭ, так как их использование в СИМП затруднено, однако особенности ВОДТ позволяют его использование в более сильных полях. Испытания ВОДТ проводили в СИМП до 130 кЭ, что было представлено в работах [46–48].

Каждый бесконтактный оптический метод измерения МКЭ обладает своими достоинствами и недостатками, поэтому мы обсудим основные физические принципы их работы и проведем сравнение их основных характеристик, важных в прямом эксперименте:

- максимальное магнитное поле, кЭ;
- частота дискретизации, кГц;
- постоянная времени детектора, мкс;
- спектральный диапазон детектора, мкм;
- погрешность измерения температуры, К;
- разрешение по температуре, мК.

ВОЛОКОННО-ОПТИЧЕСКИЙ ДАТЧИК ТЕМПЕРАТУРЫ

Устройство и физический принцип работы ВОДТ

Первый прототип ВОДТ на основе ИК-многомодового световода был представлен в работе [49]. В дальнейшем авторами был разработан новый метод бесконтактного оптического измерения температуры функциональных материалов с ФП для изучения их свойств в СИМП (рис. 1). Система для измерения МКЭ в СИМП создана на основе оптического волокна среднего ИК-диапазона 5–14 мкм, изготовленного из кристаллов галогенидов серебра $\text{AgCl}_x\text{Br}_{1-x}$ ($0 < x < 1$) методом экструзии через фильеру [49–53]. Детектором ИК-излучения в системе является узкозонный полупроводниковый фоторезистор из CdHgTe [54, 55]. Данная система хорошо защищена от влияния электромагнитных помех и обладает высоким быстродействием на уровне 10^{-6} с [46–48]. Схема устройства измерительной системы показана на рис. 1а, а принцип ее работы заключается в следующем. К образцу исследуемого магнитного материала, расположенного в рабочей области импульсного магнита, на расстоянии ~ 1 мм подводится торец световода (врезка, рис. 2а), длиной 1.5–3 м, который позволяет осуществить передачу теплового излучения в диапазоне длин волн 5–

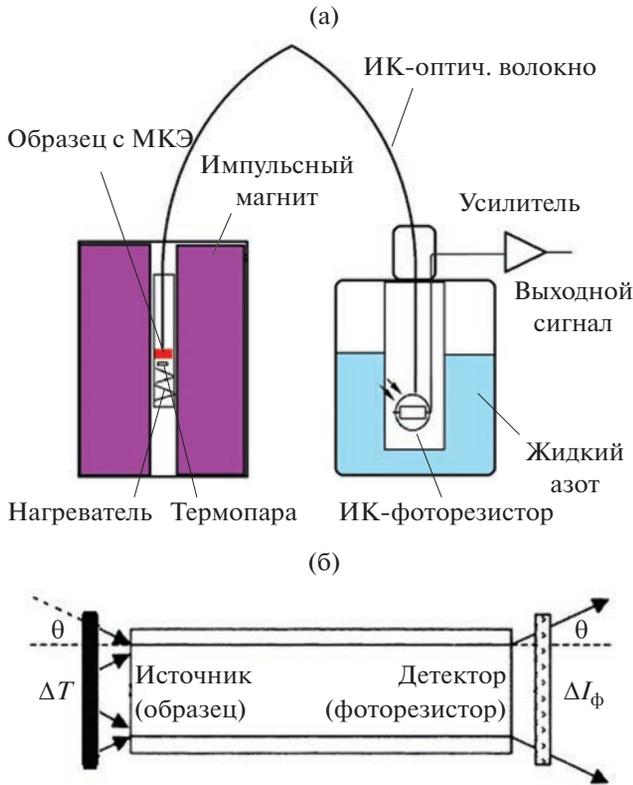


Рис. 1. (а) Схема устройства системы для измерения МКЭ с помощью ВОДТ в СИМП. (б) Расположение источника излучения (образца) и детектора (фоторезистора) относительно световода, θ – угол ввода излучения в световод.

14 мкм от источника (образца) к детектору ИК-излучения (фоторезистору), охлаждаемому жидким азотом (77.4 К) и подключенному к схеме усиления сигналов. Фоторезистор обеспечивает прием ИК-излучения от световода в том же диапазоне длин волн (рис. 2б), а постоянная времени фоторезистора составляет не более 1 мкс. Электрический сигнал с фоторезистора поступает в предусилитель и передается на АЦП с частотой развертки 1 МГц на канал. Также в системе используется дополнительный датчик температуры (термопара типа Т) для предварительной калибровки ВОДТ и для контроля начальной температуры образца в ходе экспериментов в СИМП (рис. 1а).

Излучаемая мощность Φ с единицы поверхности источника (образца) задается согласно закону Стефана–Больцмана [56]. Присутствие вблизи источника другого тела (окружающей среды) с температурой, отличной от абсолютного нуля, приводит к поглощению мощности источником. Кроме того, для поглощения излучения реальным веществом (а не абсолютно черным телом) также необходимо брать в расчет константу излу-

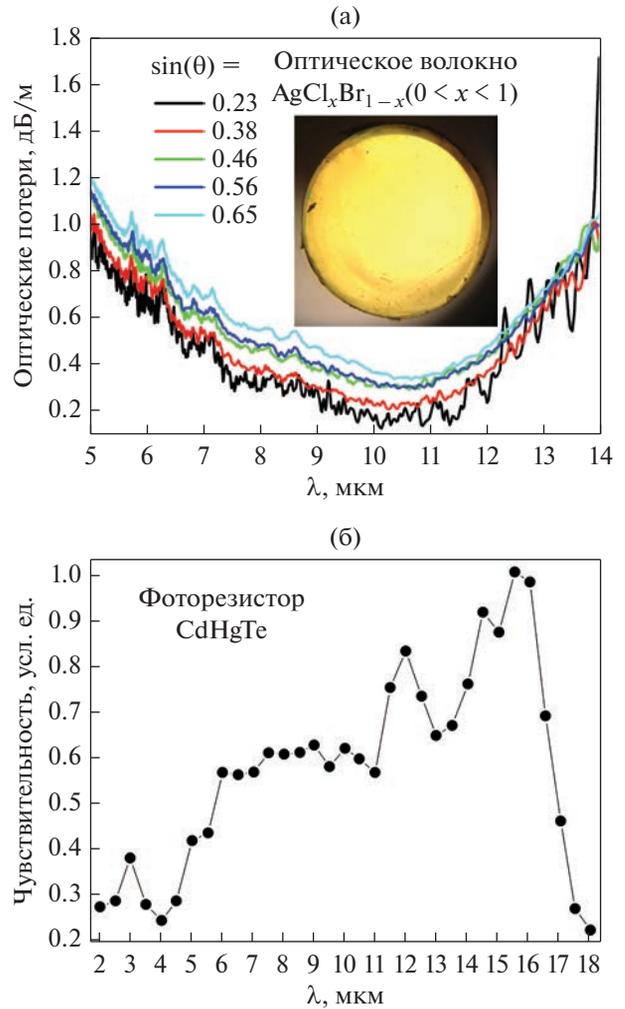


Рис. 2. (а) Зависимость оптических потерь в многомодовом оболочечном световоде из $\text{AgCl}_x\text{Br}_{1-x}$ ($x = 0.25$ для сердцевины, $x = 0.5$ для оболочки) от длины волны λ теплового излучения для разных числовых апертур. Во врезке: торец такого световода диаметром 1 мм. (б) Чувствительность фоторезистора CdHgTe, используемого в качестве детектора, на разных длинах волн λ теплового излучения.

чательной способности r . Тогда полную излучаемую мощность можно представить как

$$\Phi = r\sigma_0(T^4 - T_{\text{amb}}^4), \tag{1}$$

где r – излучательная способность образца; $\sigma_0 = 5.670 \times 10^{-8} \text{ Вт м}^{-2} \text{ К}^{-4}$ – постоянная Стефана–Больцмана, T – абсолютная температура образца, T_{amb} – абсолютная температура окружающей среды. Излучательная способность r определяется при предварительной градуировке системы, так как индивидуальна для каждого образца.

Импульсное магнитное поле приводит к адиабатическому изменению температуры образца от начальной T_0 на величину ΔT , изменяя излучаемую мощность на величину $\Delta\Phi$. Относительное измене-

ние температуры в таких экспериментах составляет порядка: $\Delta T/T_0 = 10/300 \text{ К} \times 100\% = 3.3\%$, т.е. является малым. Тогда можно считать, что изменение мощности теплового излучения поверхности образца $\Delta\Phi$ будет пропорционально адиабатическому изменению температуры образца ΔT в магнитном поле: $\Delta\Phi \sim \Delta T$.

С некоторыми потерями, зависящими от материала световода и его длины [57], излучаемая образцом дополнительная мощность будет передана по световоду и попадет на поверхность детектора — фоторезистора (рис. 16), что вызовет в нем изменение фототока ΔI_ϕ . Известно, что проводимость фотоспротивлений зависит от приложенного напряжения и от освещенности [58]. При сравнительно небольших освещенностях поведение фотоспротивлений подчиняется закону Ома, т.е. при постоянной освещенности сила тока, проходящего через сопротивление, пропорциональна приложенному напряжению. Величина фототока при малых освещенностях, если напряжение питания постоянно, растет пропорционально освещенности (при дальнейшем увеличении освещенности наступает явление насыщения и прямая пропорциональность нарушается). Используемый узкозонный фоторезистор из CdHgTe осуществляет прием ИК-излучения в том же диапазоне длин волн, в котором пропускает световод (рис. 26), тогда изменение фототока ΔI_ϕ в фоторезисторе будет пропорционально изменению мощности теплового излучения $\Delta\Phi$ поверхности образца: $\Delta I_\phi \sim \Delta\Phi$.

Таким образом (с некоторыми допущениями) можно утверждать, что изменение фототока в фоторезисторе ΔI_ϕ будет пропорционально адиабатическому изменению температуры образца ΔT в магнитном поле (рис. 16):

$$\Delta I_\phi \sim \Delta T. \quad (2)$$

Закон смещения Вина устанавливает зависимость длины волны λ_p , на которой спектральная плотность потока излучения черного тела достигает своего максимума, от температуры черного тела:

$$\lambda_p = b/T, \quad (3)$$

где $b = 2898 \text{ мкм} \times \text{К}$ — константа, имеющая численное значение. Согласно этому закону, длина волны излучения λ_p , при которой энергия излучения абсолютно черного тела максимальна, обратно пропорциональна абсолютной температуре тела T [56].

Эксперименты с использованием ВОДТ проводили при комнатной температуре (296 К), где, согласно (3), $\lambda_p = 9.8 \text{ мкм}$. В данном диапазоне длин волн световод показывает наименьшие потери мощности (рис. 2а), а фоторезистор — среднюю чувствительность (рис. 2б).

Материал $\text{Cd}_{1-x}\text{Hg}_x\text{Te}$ с содержанием молярной доли теллурида кадмия CdTe $x \approx 0.2$ в настоящее время является базовым материалом для изготовления фотоприемников ИК-излучения, фоточувствительных в окне прозрачности земной атмосферы 8–14 мкм. В отличие от монокристаллических полупроводников Ge, Si, легированных различными примесями (Ge:Hg, Si:Ga, Si:B и др.) и требующими глубокого охлаждения до температур “водородного” и “гелиевого” уровней, $\text{Cd}_{0.2}\text{Hg}_{0.8}\text{Te}$ обладает собственной проводимостью при охлаждении не ниже 80 К [59].

Использованный в системе фоторезистор обладал следующими характеристиками:

- (1) Размер чувствительной площадки $1 \times 1 \text{ мм}$ (меандр шириной 230 мкм, 4 колена).
- (2) Темновое сопротивление — 400 Ом, рабочий ток смещения — 10 мА.
- (3) Удельная обнаружительная способность на длине волны максимальной чувствительности при частоте измерений 10 кГц — $2.3 \times 10^{10} \text{ Вт}^{-1} \text{ см Гц}^{1/2}$ (при апертуре $\theta = 40^\circ$).
- (4) Вольтовая чувствительность — 2000 В/Вт.
- (5) Постоянная времени — $\tau \leq 1 \text{ мкс}$.

Перед экспериментами в магнитном поле производили градуировку ВОДТ (без усилителя сигнала) путем измерения температуры на тонкой полупроводниковой пленке, на которую импульсно подавали электрический ток. Эталоном термодатчиком был миниатюрный платиновый терморезистор РТ–100. На рис. 3а представлены сигналы с терморезистора и ВОДТ, полученные при низкой частоте АЦП $\nu_f = 32 \text{ Гц}$. Можно видеть, что сигнал с РТ–100 запаздывает и не имеет достаточной глубины по сравнению с ВОДТ, т.е. терморезистор обладает значительной тепловой инерцией по сравнению с ВОДТ.

Непосредственно перед каждым экспериментом в СИМП проводится калибровка ВОДТ на конкретном исследуемом образце с помощью термопары типа Т (медь–константан) в относительно слабых магнитных полях постоянных магнитов. Такая термопара с толщиной проводов 60 мкм, приваривается к обратной стороне образца электродуговой сваркой и также в дальнейшем служит для контроля начальной температуры образца (на схеме, рис. 1а). Пример калибровки ВОДТ на образце Gd [47] при температуре вблизи точки Кюри ($T_C = 293 \text{ К}$) в магнитном поле $H = 5 \text{ кЭ}$ представлен на рис. 3б.

Видно, что термопара обладает значительной тепловой инерцией по сравнению с ВОДТ, а погрешность измерения температуры с помощью ВОДТ составляет 0.1 К. Для повышения уровня сигнала термопары в системе используется усилитель AD8495 (5 мВ/К) с компенсацией потенциала холодного спая, а для сигнала ВОДТ — спе-

циальный предусилитель (с усилением в 50 раз) на основе двух низкошумных (1 нВ/√Гц) инструментальных усилителей AD8429ARZ, выдающий выходной сигнал на уровне ~1.5 мВ/К. Для записи сигналов на компьютер использовали 14-битный АЦП L-Card E20-10 с полосой пропускания 0–3.5 МГц и частотой дискретизации $f = 1$ МГц на канал. В данной конфигурации разрешение ВОДТ по температуре достигает значения в 15 мК.

Сравнение результатов измерения МКЭ с помощью ВОДТ и микротермопары

Соединения на основе Mn представляют большую группу магнитокалорических материалов с высоким потенциалом для использования в технологии магнитного охлаждения [60]. Одним из наиболее ярких представителей этого класса соединений является MnAs с магнитоструктурным ФП 1-го рода вблизи комнатной температуры [61]. Монокристаллические образцы MnAs являются хрупкими и довольно быстро разрушаются при термоциклировании и периодическом воздействии магнитного поля вблизи ФП, поэтому исследования в СИМП до 40 кЭ выполняли на специально созданных образцах композитного материала (КМ) на основе MnAs [46]. Измерения МКЭ в данном материале выполняли с помощью ВОДТ в Донецком физико-техническом институте им. А.А. Галкина, г. Донецк (ДонФТИ) [46] и дифференциальной микротермопары с толщиной проводов 25 мкм (метод подробно описан в [24–28]) в Центре им. Гельмгольца Дрезден–Росендорф, г. Дрезден (ЦГДР) при близких начальных температурах. Используемые соленоиды отличались между собой прежде всего длительностью импульса. Профили магнитных импульсов в данных соленоидах представлены на (рис. 4а, 4б): в ЦГДР (темно-серый фон) время нарастания поля до максимума составляет 13 мс, а далее оно спадает до нуля в течение ~100 мс; в ДонФТИ (светло-серый фон) поле нарастает до максимума за 4 мс, а затем спадает до нуля за 5 мс, и имеет обратную полуволну величиной до 15 кЭ. Таким образом, в экспериментах в ДонФТИ магнитное поле нарастало примерно в 3 раза быстрее, а спадало в 20 раз быстрее, чем в экспериментах в ЦГДР, что следует учитывать при сравнении результатов измерений МКЭ, полученных разными методами.

На рис. 4а, 4б приведены временные зависимости изменения магнитного поля в разных импульсных соленоидах: ЦГДР и ДонФТИ, а также соответствующие им временные зависимости МКЭ на микротермопаре и ВОДТ. На рис. 4а приведены временные зависимости МКЭ, полученные при последовательном нагреве образца КМ на основе MnAs, полученные с ВОДТ при $T_0 = 318.5$ К и с микротермопары при $T_0 = 318.4$ К. На рис. 4б приведены аналогичные зависимости

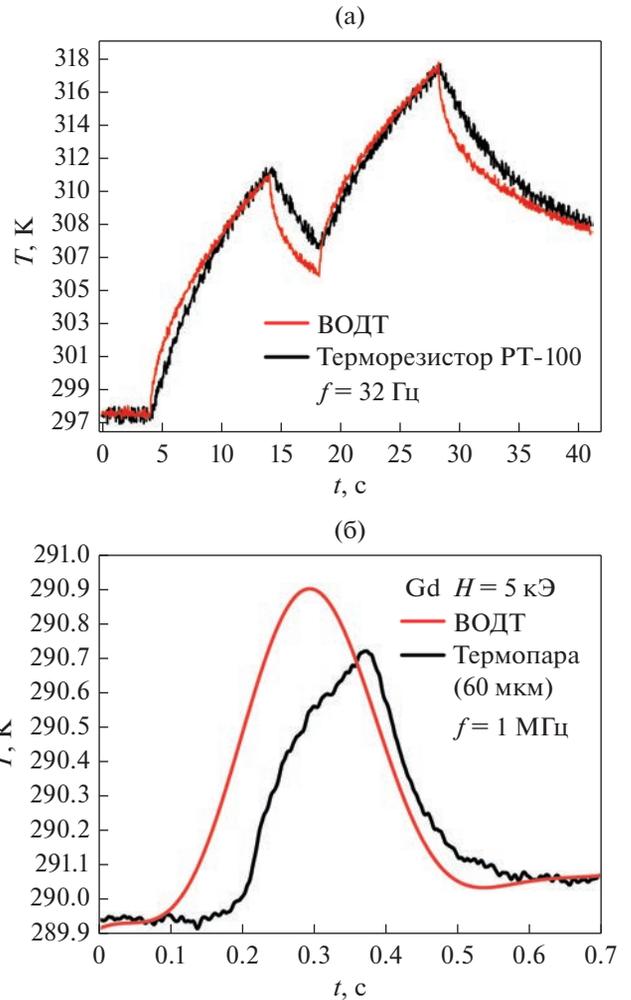


Рис. 3. (а) Изменение температуры тонкой полупроводниковой пленки, подвергнутой импульсному нагреву электрическим током. Черная кривая – данные с РТ-100, красная кривая – данные с ВОДТ без усилителя сигнала. Частота дискретизации АЦП $f = 32$ Гц. (б) Изменение температуры образца Gd в магнитном поле 5 кЭ вблизи температуры ФП. Черная кривая – данные с термопары с усилителем AD8495, красная кривая – данные с ВОДТ со специальным усилителем сигнала. Частота дискретизации АЦП $f = 1$ МГц.

при охлаждении образца: с ВОДТ при $T_0 = 314.5$ К и с микротермопары при $T_0 = 314.4$ К. На этих рисунках хорошо видно, что в экспериментах с ВОДТ пик изменения температуры практически совпадает с пиком магнитного поля – выявленная задержка составляет всего ~1 мс, а в экспериментах с микротермопарой – температура отстает от поля на ~15 мс. Такая задержка объясняется большим тепловым сопротивлением между микротермопарой и частицами MnAs. Дело в том, что МКЭ возникает внутри частиц чистого MnAs (наполнителя), и тепло от частиц должно проходить через границы из полимера (связующего), который обладает плохой теплопроводностью, по

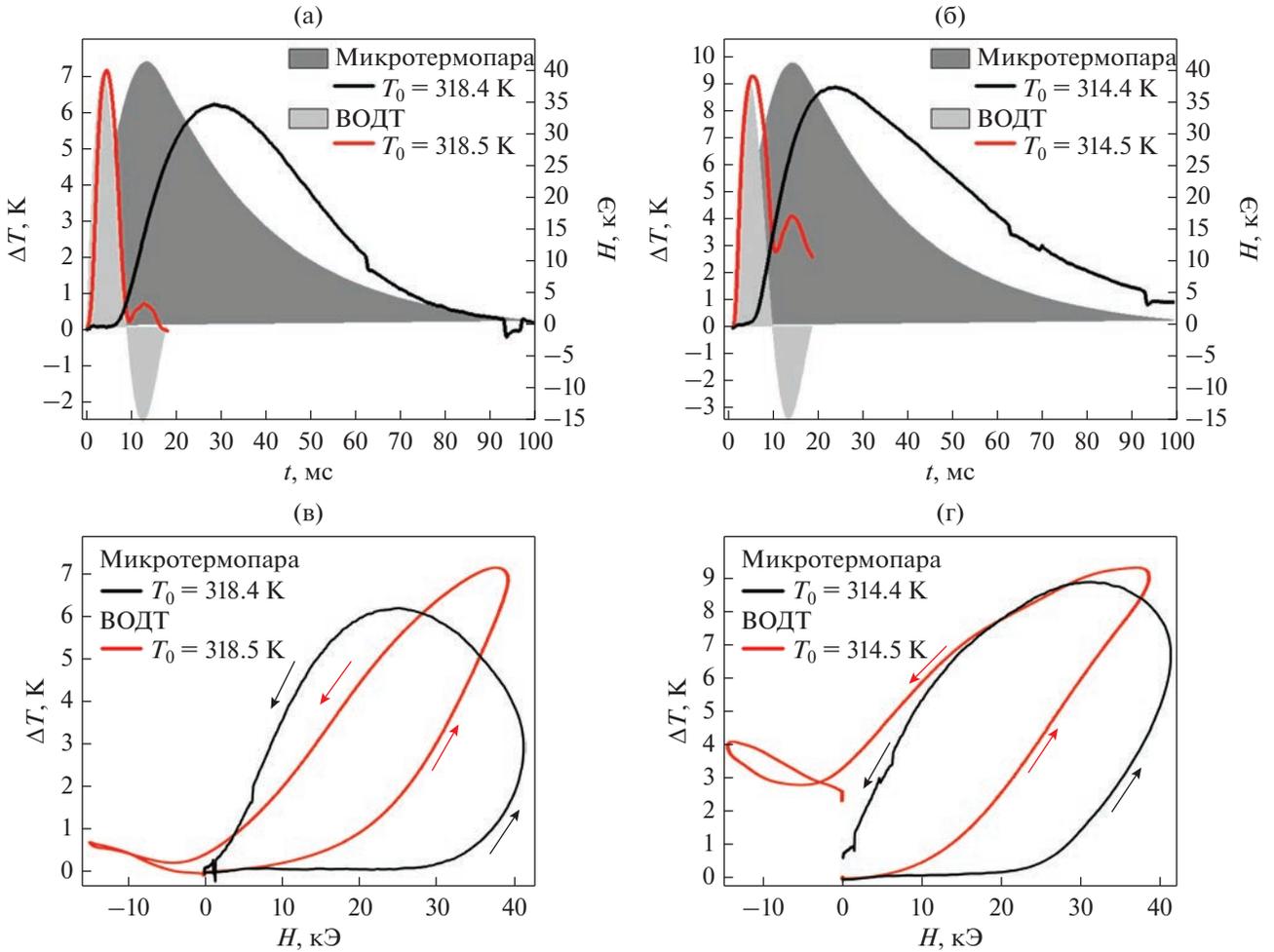


Рис. 4. Временные зависимости МКЭ в образце КМ на основе MnAs в импульсных магнитных полях до 40 кЭ: красная кривая – измерено с помощью ВОДТ, черная кривая – измерено микротермопарой при (а) нагреве $T_0 = 318.5$ К и (б) охлаждении $T_0 = 314.5$ К. Временные профили магнитных импульсов отмечены серым. (в), (г) – соответствующие магнитополевые зависимости МКЭ при нагреве и охлаждении.

сравнению с металлическими соединениями. Схематически эта ситуация представлена на рис. 5.

Максимальные значения МКЭ получены с помощью ВОДТ: $\Delta T = 7.2$ К при нагреве $T_0 = 318.5$ К,

и $\Delta T = 9.4$ К при охлаждении $T_0 = 314.5$ К и представлены на рис. 4а, 4б соответственно. Для данных экспериментов построены также полевые зависимости (рис. 4в, 4г). Обращает на себя внимание то, что при последовательном нагреве МКЭ обратим (рис. 4в) – после окончания магнитного импульса температура образца возвращается к начальному значению. МКЭ, измеренный после охлаждения до начальной температуры $T_0 = 314.5$ К, необратим (рис. 4г), так как конечная температура образца выше начальной. Причиной необратимости МКЭ в данном случае является температурный и полевой гистерезис магнитоструктурного ФП 1-го рода [27].

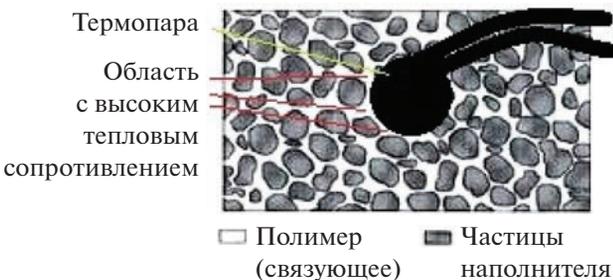


Рис. 5. Схематически – измерение МКЭ на поверхности композитного образца с помощью микротермопары. Белые области – связующий материал, серые области – частицы наполнителя.

Для сравнения на рис. 6 представлены результаты измерений МКЭ в образце КМ на основе MnAs в импульсных магнитных полях до 40 кЭ, полученные при близких начальных температурах с помощью ВОДТ и микротермопары при нагреве и при охлаждении. Из рисунка видно, что в

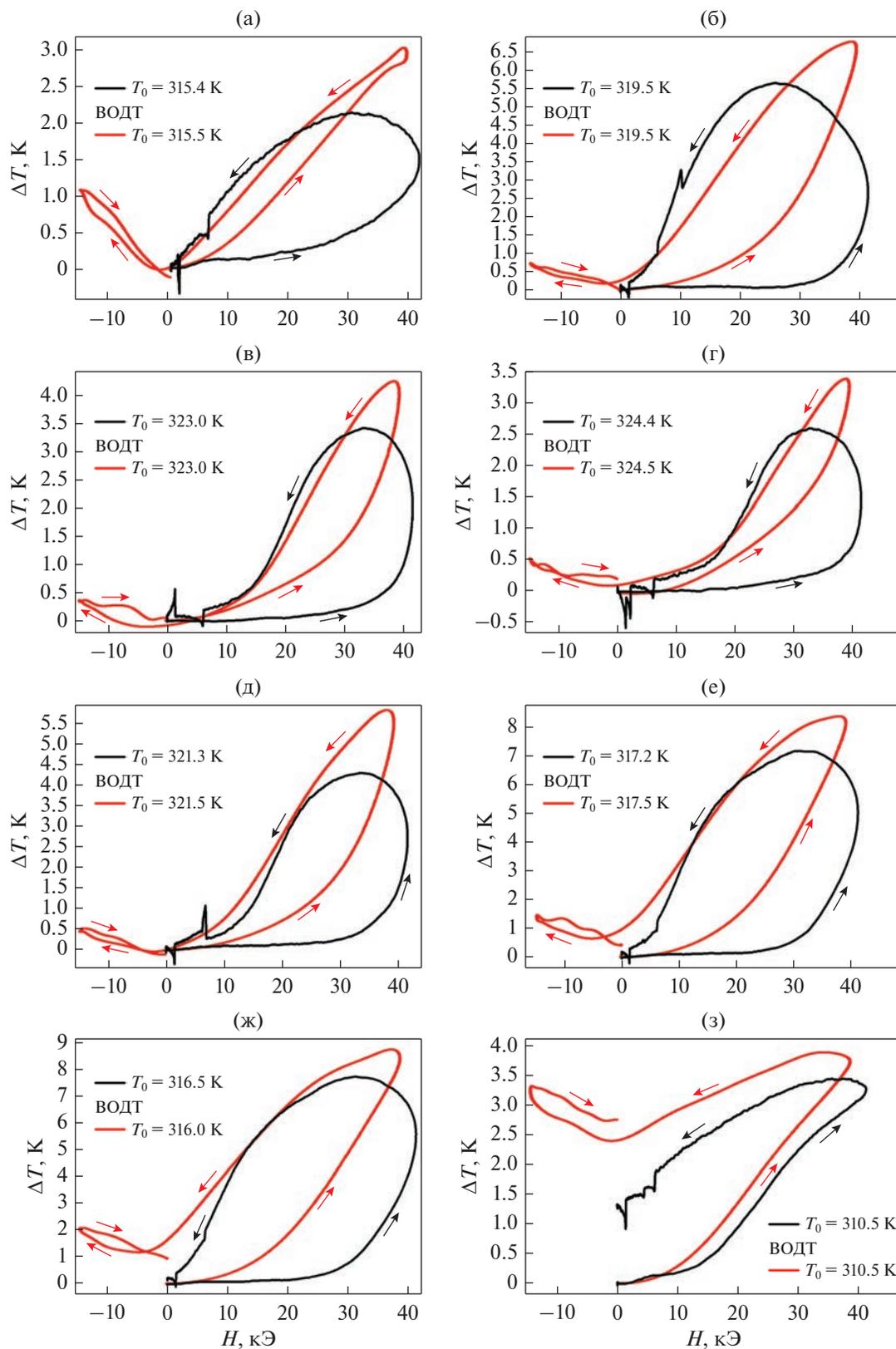


Рис. 6. Сравнение полевых зависимостей МКЭ в образце КМ на основе MnAs, полученных при близких начальных температурах с помощью ВОДТ (красные кривые) и микротермопары (черные кривые) в импульсных магнитных полях до 40 кЭ при: (а)–(г) нагреве, (д)–(з) охлаждении.

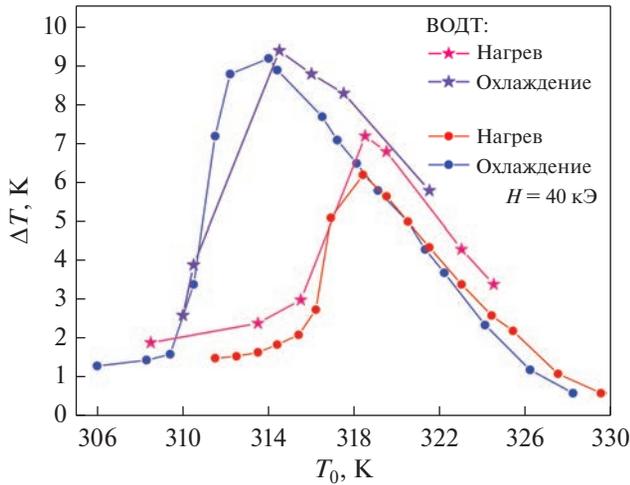


Рис. 7. Температурные зависимости МКЭ в образце КМ на основе MnAs, измеренные с помощью ВОДТ (звезды) и микротермопары (кружки) при нагреве и охлаждении в импульсных магнитных полях $H = 40$ кЭ.

экспериментах с микротермопарой максимальное значение МКЭ соответствует 25–35 кЭ при снижении магнитного поля. Из-за такой существенной задержки сигнала на микротермопаре кривые значительно уширяются и перестают отображать текущее значение температуры (т.е. температура образца, соответствующая значению магнитного поля). Подробно эта проблема, связанная с измерением МКЭ с помощью микротермопары, описана и проанализирована в [28]. Исходя из того, что происходит задержка реакции микротермопары на изменение температуры образца в результате его адиабатического намагничивания, мы предполагаем, что максимальному изменению магнитного поля соответствует максимальное адиабатическое изменение температуры.

На рис. 7 приведены температурные зависимости адиабатического изменения температуры для образца КМ на основе MnAs в магнитном поле 40 кЭ при различных начальных температурах,

полученные с помощью ВОДТ и микротермопары. Результаты для микротермопары отложены на основе описанного выше предположения для максимального значения магнитного поля (40 кЭ), используемого в этом эксперименте.

ИНФРАКРАСНАЯ ТЕРМОГРАФИЯ

В отечественной литературе встречаются три термина, обозначающие технику дистанционной регистрации и визуализации тепловых полей: “теповидение”, “термовидение” и “термография”, которые подразумевают использование ИК-камер (теповизоров) для разных прикладных целей [62]. Мы будем придерживаться последнего термина. ИК-термография широко используется в физическом эксперименте и применяется не только для исследования МКЭ [39–42], но и других калорических эффектов, таких как электрокалорический [63] и эластокалорический [64]. Большим преимуществом данного метода исследования МКЭ перед другими известными — это его наглядность.

В работе [39] пластинки чистого Gd с помощью специального привода за 0.7 с вынимали из магнитного поля и снимали на ИК-камеру FLIR Titanium SC7000. Магнитное поле создавали сборным постоянным магнитом системы Хальбаха с максимальным полем $H = 10.5$ кЭ (рис. 8а). В работе исследовали только прямой МКЭ при снятии магнитного поля, который вызывает охлаждение образца. Изменение поля осуществляли перемещением самого образца, что безусловно, является недостатком данной экспериментальной системы, так как менялось расстояние между камерой и образцом, что требовало дополнительной градуировки.

Развитием такой методики измерений можно считать систему, в которой перемещается сам магнит с $H = 12$ кЭ, а образец сплава Гейслера $Ni_{44}Co_6Mn_{30}Ga_{20}$ закреплен стационарно, и его поверхность постоянно снимается на ИК-камеру FLIR SC5600-M (рис. 8б) [41].



Рис. 8. (а) Схема устройства сборного постоянного магнита системы Хальбаха [39]. (б) Схема установки для измерения МКЭ с помощью ИК-камеры и перемещающегося постоянного магнита [41].

Авторами настоящего обзора была создана установка для исследования МКЭ в магнитных материалах с ФП при температурах вблизи комнатной, по устройству аналогичная представленной на рис. 8б. Установка состоит из относительно недорогой ИК-камеры COX CG-640 с макрообъективом и специальной системы постоянных магнитов на основе цилиндрической Хальбаш-структуры (по схеме, аналогичной рис. 8а) с максимальной величиной магнитного поля в рабочей области $H = 14$ кЭ. Частота смены кадров ИК-камеры составляла $f = 30$ Гц, постоянная времени детектора – неохлаждаемого микроболометра на аморфном кремнии – $\tau = 8$ мс. Погрешность измерения температуры составляла 2 К, разрешение – 50 мК.

Описанная установка использована для исследования МКЭ в серии синтезированных образцов композитов на основе порошков сплава $\text{LaFe}_{11.4}\text{Mn}_{0.3}\text{Si}_{1.3}\text{H}_{1.6}$ (LFMSH) с модифицированной поверхностью. Подробно способ получения образцов, а также их термомагнитные свойства описаны в [65]. Отметим, что МКЭ в данной серии образцов изучали прямым методом с помощью дифференциальной микротермопары в переменных магнитных полях $H = 12$ кЭ с частотой 2 Гц, и в чистом порошке LFMSH при $T_0 = 287$ К получено максимальное значение МКЭ $\Delta T = 3$ К в режиме охлаждения образца [65].

Для прямых оптических исследований МКЭ в порошке и образцах композитов на основе LFMSH специальный привод перемещал постоянный магнит, и образец попадал в область магнитного поля $H = 14$ кЭ, при этом температуру его поверхности непрерывно фиксировали с помощью ИК-камеры (рис. 9). Пример таких исследований на чистом порошке LFMSH (с размером частиц в диапазоне 200–400 мкм) приведен на рис. 9: (а) без поля $H = 0$ Э, (б) внесение образца в магнитное поле $H = 14$ кЭ, (в) вынесение образца из поля $H = 0$ Э.

На рис. 10а приведены временные зависимости изменения температуры порошка LFMSH, полученные с помощью ИК-камеры в точках Spot 1, Spot 2, Spot 3, отмеченных на рис. 9, при включении/выключении магнитного поля в $H = 14$ кЭ. Видно, что в разных точках значения МКЭ могут несколько отличаться, однако такой инструмент позволяет работать с микроструктурами и производить “картирование” МКЭ по поверхности образца. Также, используя прилагаемое программное обеспечение, можно выбрать некоторую область Circle на поверхности образца (рис. 9) и построить временные зависимости максимальной, средней и минимальной температур в этой области (рис. 10б). Максимальный МКЭ по средней температуре при $T_0 = 295.5$ К составил $\Delta T = 2.8$ К в поле $H = 14$ кЭ, что находится в хорошем

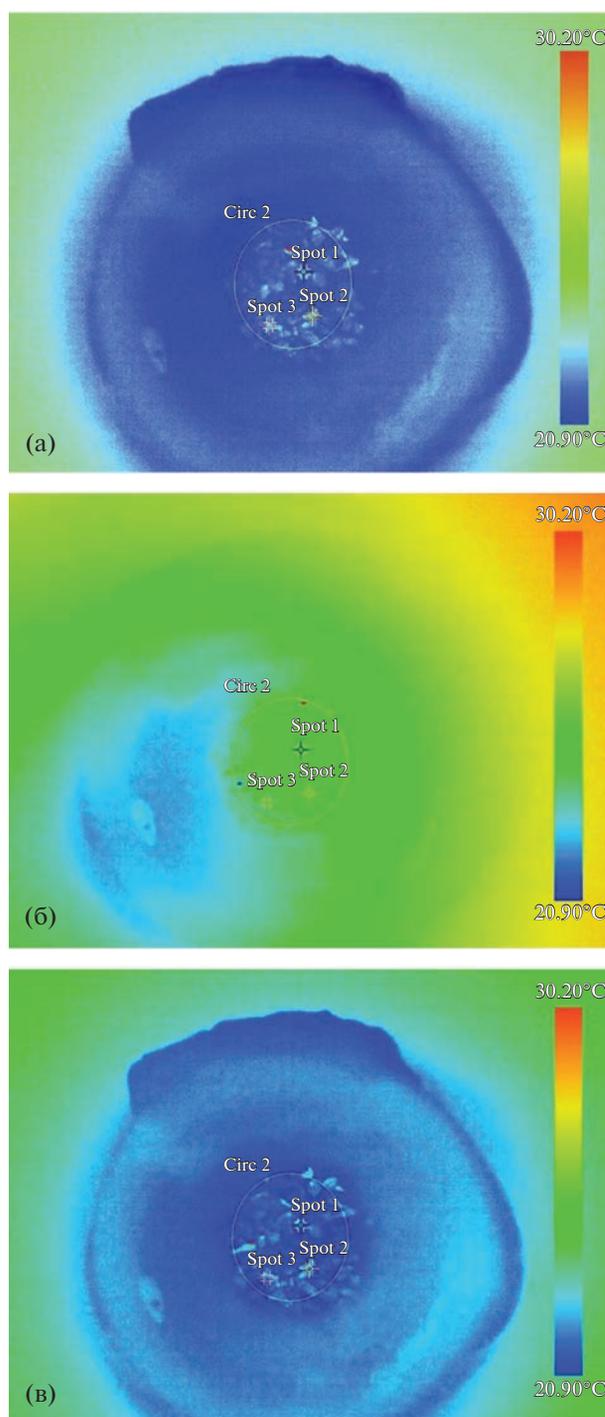


Рис. 9. Изображения, полученные при исследовании МКЭ в порошке LFMSH (размер частиц 200–400 мкм) с помощью ИК-камеры COX CG-640: (а) $H = 0$ Э, (б) внесение образца LFMSH в магнитное поле $H = 14$ кЭ, (в) $H = 0$ Э.

соответствии с данными, полученными с помощью микротермопары [65].

Исследования МКЭ в порошках и композитах на основе LFMSH, выполненные с помощью

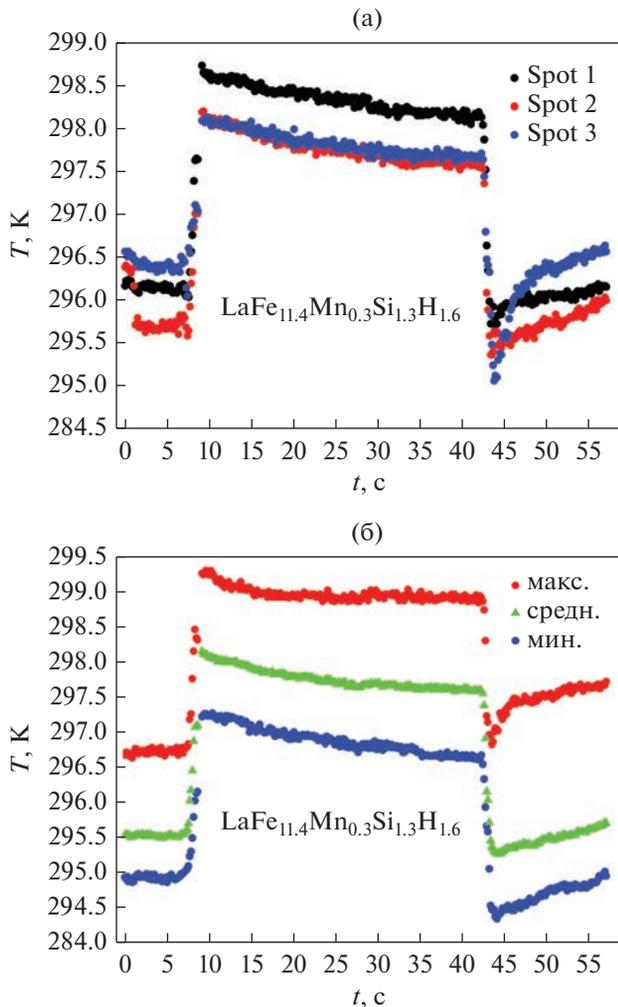


Рис. 10. (а) Временные зависимости изменения температуры порошка LFMSH в точках Spot 1, Spot 2, Spot 3 при внесении/вынесении в магнитное поле $H = 14$ кЭ. (б) Временные зависимости максимальной, средней и минимальной температур в области измерения, отмеченной окружностью Circle на рис. 9.

ИК-камеры, показали, что крупные частицы порошка сплава LFMSH размером в 400–600 мкм являются оптимальными для изготовления композитов. Обнаружено, что увеличение пористости композита до 50% приводит к снижению МКЭ и ухудшению механических свойств композита на основе LFMSH.

Важным шагом в развитии ИК-термографии можно считать возможность картирования образца в микромасштабе, которая также была представлена в [41, 42]. Данные работы продемонстрировали возможность различать микроскопическое поведение МКЭ в объемных образцах сплавов Гейслера Ni–Mn–Ga с добавкой Co. В каждом участке образца в масштабе около 80 мкм МКЭ проявляется индивидуально, что не обязательно соответствует поведению среднего значе-

ния всех микроучастков, составляющих образец. Таким образом, возможна оценка поведения микроучастков, которые невозможно различить с помощью макроскопических измерений. Знание их поведения может иметь первостепенное значение в ряде случаев, от подготовки образца до оценки характеристик устройства. Картирование МКЭ по всей исследуемой области образца показало относительный вклад каждой микроскопической части образца.

Как одну из вариаций применения ИК-термографии для прямого исследования МКЭ следует отметить метод синхронной термографии, который предполагает использование синхронного детектора [40]. Этот метод позволяет систематически измерять зависимости вызванного МКЭ от величины магнитного поля и его частоты. Используя этот метод, на образцах Gd получено $\Delta T = 1.84 \pm 0.11$ К в переменном магнитном поле $H = 10$ кЭ и его частоте в модуляции 0.5 Гц при $T_0 = 300.5 \pm 0.5$ К, что свидетельствует о том, что данный метод дает количественные результаты, которые находятся в хорошем согласии с данными, полученными другими методиками измерения [40].

МИРАЖ-ЭФФЕКТ

Один из бесконтактных методов измерения адиабатического изменения температуры основан на термооптическом эффекте, известном также как “мираж-эффект” (mirage-effect). Суть данного метода заключается в отклонении светового луча тепловым градиентом, возникающим на поверхности образца в результате МКЭ. Подобный дефлекционный метод, основанный на отклонении светового луча, был известен ранее и использован для измерения коэффициента теплопроводности и термооптического спектра поглощения материалов (фототермическая радиометрия) [66–68]. Бесконтактный метод измерения МКЭ на основе мираж-эффекта впервые был предложен в работе [36], в которой изменение температуры материала, вызванное импульсом магнитного поля, создает изменяющийся во времени градиент показателя преломления в окружающей среде (воздухе), который может быть обнаружен путем отклонения зондирующего лазерного луча, проходящего через слой воздуха, непосредственно прилегающего к поверхности образца (мираж-эффект).

Исходя из теории геометрической оптики и фототермической радиометрии, угол отклонения луча φ в одной координате измерения y может быть записан в виде:

$$\varphi(y, t) = \frac{1}{n} \frac{dn}{dT} \frac{\partial T(y, t)}{\partial y} d, \quad (4)$$

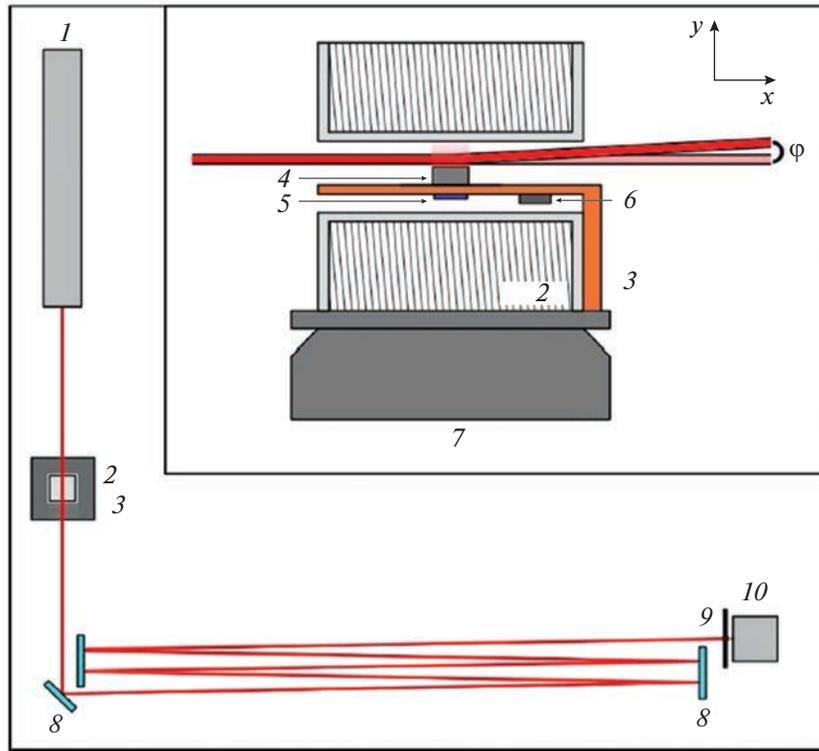


Рис. 11. Схема экспериментальной установки для измерения МКЭ с помощью мираж-эффекта: (1) лазер, (2) магнитная катушка, (3) держатель образца, (4) образец, (5) датчик температуры РТ-100, (6) нагреватель, (7) устройство микропозиционирования, (8) зеркала, (9) отверстие (диафрагма), (10) детектор [36].

где n – показатель преломления отражающей среды, $\frac{dn}{dT}$ – температурный коэффициент показателя преломления, d – длина пути луча лазера ортогонально температурному градиенту (в нашем случае d – длина образца, поскольку каждая часть образца испытывает примерно одинаковое изменение температуры). При небольших колебаниях температуры $\frac{dn}{dT}$ можно считать постоянными, в

то время как температурный градиент $\frac{\partial T(y,t)}{\partial y}$ является функцией температуры образца. Таким образом, угол отклонения ϕ и, следовательно, изменение интенсивности в месте расположения детектора ΔI зависят от температуры и длины образца.

Когда угол отклонения ϕ мал, ΔI прямо пропорционально ϕ , поскольку небольшая часть гауссова профиля сечения лазерного луча в положении детектора может быть аппроксимирована как линейная. Это позволяет нам предположить, что изменение интенсивности лазерного излучения ΔI пропорционально изменению температуры образца ΔT . Эта пропорциональность была проверена путем измерения ΔT образца Gd в области его температуры Кюри в зависимости от амплитуды импульсов магнитного поля.

Это сравнение также позволило вывести коэффициент пропорциональности. Благодаря этой калибровке абсолютное изменение температуры образца, вызванное импульсом магнитного поля, может быть получено из изменения выходной мощности детектора ΔV при условии, что выполнены одинаковые условия эксперимента (положение лазерного луча, образца и детектора).

Схема экспериментальной установки для измерения МКЭ с помощью мираж-эффекта представлена в [36] и приведена на рис. 11. Основными составными частями установки являются лазер (1), магнитная катушка (2), держатель образца (3) и детектор (10). Проходящий сквозь ось катушки оптический луч создается He–Ne лазером красного цвета ($\lambda = 632.8$ нм), характеризующимся длительной стабильностью амплитуды и низким уровнем шума. Одноэлементный кремниевый фотопроводящий детектор (10) улавливает отклонение лазерного луча. Перед датчиком установлена диафрагма с диаметром отверстия 0.5 мм (9) для выбора только небольшой части профиля лазерного луча. Образец (4) с помощью клея с низкой теплопроводностью приклеивается на специальный держатель, температура которого стабилизируется и контролируется с помощью системы из резистивного нагревателя (6) и датчи-

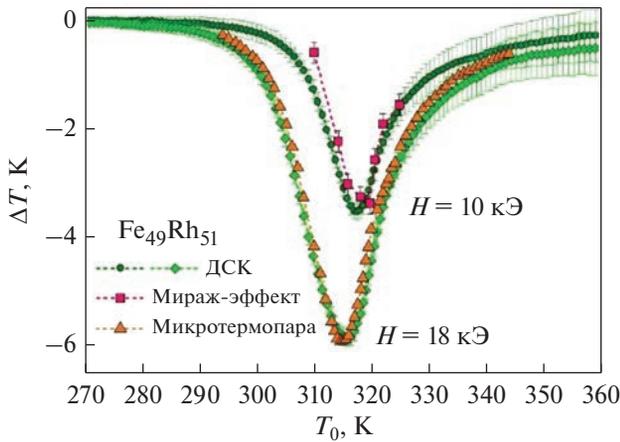


Рис. 12. Температурные зависимости МКЭ в сплаве $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ при изменении магнитного поля 10 кЭ и 18 кЭ, измеренные тремя различными методами (ДСК, мираж-эффект и микротермопара) [38].

ка температуры — терморезистора РТ-100 (5). Держатель образца (3) вставляется внутрь небольшой магнитной катушки (2) и устанавливается на устройство микропозиционирования (7), которое позволяет точно выровнять поверхность образца параллельно лазерному лучу. Импульсное магнитное поле генерируется с помощью разряда батареи конденсаторов, собранной в единую цепь с соленоидом. Изменяя емкость и геометрию катушки, можно генерировать различные импульсы магнитного поля с максимальной амплитудой до 10 кЭ и длительностью 1–3 мс.

Ключевой особенностью данного метода является относительно небольшая постоянная времени детектора $\tau \sim 100$ мкс, что позволяет применять его для исследования МКЭ в импульсных полях и исследовать динамику МКЭ. Возможность использования метода, основанного на мираж-эффекте, для исследования МКЭ в лентах Ni-Mn-In-Sn со средней толщиной 8 мкм в режиме импульсного поля амплитудой 10 кЭ и временем развертки 1.3 мс была продемонстрирована в работе [37].

Данный метод был апробирован авторами настоящего обзора на известном материале с обратным МКЭ — образце сплава $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ в форме пластины [38]. Для полноценного анализа адиабатическое изменение температуры образца было исследовано с помощью трех различных методик:

1) косвенный метод с использованием данных дифференциальной калориметрии (ДСК) в нулевом поле и полях 10 кЭ и 18 кЭ;

2) бесконтактный метод, основанный на мираж-эффекте в импульсном магнитном поле амплитудой 10 кЭ и скоростью развертки 7700 кЭ/с;

3) стандартный прямой метод с помощью микротермопары (тип Т, толщина проводов 25 мкм) с амплитудой магнитного поля 18 кЭ и скоростью развертки 10 кЭ/с.

Полученные с помощью разных методов (ДСК, мираж-эффект, термопара) максимумы МКЭ в сплаве $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ находятся в хорошем согласии между собой (рис. 12) и сопоставимы с литературными данными для данного состава [69]. С помощью мираж-эффекта получено максимальное значение $\Delta T = -3.5$ К в поле $H = 10$ кЭ (рис. 12). Измерения, проведенные при различных режимах изменения магнитного поля (постоянное поле, 10, 7700 кЭ/с) показали отсутствие запаздывания сигнала с изменением скорости прикладываемого поля до 7700 кЭ/с в области магнитоструктурного ФП.

Резюмируя, отметим, что основными преимуществами дефлекционного метода, основанного на мираж-эффекте, являются:

1) достаточно короткая постоянная время ~ 100 мкс, что позволяет измерять МКЭ в импульсных полях с минимальной погрешностью 0.1 К;

2) возможность исследования динамики МКЭ с различным временем развертки магнитного поля;

3) возможность исследования МКЭ в образцах малых размеров (“толстые” пленки, ленты).

К недостаткам данного метода относятся ограниченная область температур измерения и сложность использования для исследования МКЭ при криогенных температурах.

МОДУЛЯЦИОННАЯ ИК-ТЕРМОМЕТРИЯ

Модуляционная ИК-термометрия как метод для измерения МКЭ в слабых магнитных полях была представлена в работах [43–45]. Принцип измерения основан на модуляции магнитного поля на частотах выше 50 Гц и бесконтактном детектировании теплового излучения ИК-детектором на основе CdHgTe . На рис. 13а показана схема установки. Образец помещают в самодельный криостат, охлаждаемый и нагреваемый элементами Пельтье в диапазоне температур 250–380 К. В качестве держателя образца используется сапфировая пластина толщиной 2 мм для исключения возможного нагрева вихревыми токами. Окна из ZnSe используются для обеспечения высокого пропускания теплового излучения, а также прямого оптического прицеливания на образец для юстировки. Магнит с разъемным кольцом, который приводится в действие через функциональный усилитель на частоте ω , обеспечивает переменное поле $H_{\text{ext}} = H_0 \cos(\omega t)$. Поле измеряется с помощью датчика Холла и постоянно контролируется с помощью электромагнитной приемной катуш-

ки. Тепловое излучение образца регистрируется на CdHgTe-детекторе с максимумом обнаружения на длине волны $\lambda \approx 10$ мкм, пройдя через четыре параболических зеркала. Температура образца будет колебаться с частотой 2ω , поскольку МКЭ зависит от абсолютного значения внешнего магнитного поля. После первой пары зеркал на пути луча размещается прерыватель, необходимый для температурной калибровки, как тепловой источник с постоянной эталонной температурой.

Данным методом исследована миллисекундная динамика МКЭ в сплаве $\text{La}_{1,2}\text{Fe}_{11,4}\text{Mn}_{0,2}\text{Si}_{1,4}\text{H}_y$ и Gd [45], имеющих соответственно ФП первого и второго рода. Прямые измерения ΔT проводили с частотами изменения поля до 1 кГц, при амплитудах до 0.5 кЭ. Установлено, что пиковая амплитуда $\Delta T(T)$ зависит от толщины образца и уменьшается с увеличением частоты модуляции для обоих материалов, несмотря на независимую от частоты восприимчивость Gd. Результаты по измерению МКЭ в сплаве $\text{La}_{1,2}\text{Fe}_{11,4}\text{Mn}_{0,2}\text{Si}_{1,4}\text{H}_y$ в магнитных полях величины от 40 до 490 Э при частоте изменения $f_H = 116$ Гц представлены на рис. 13б. Максимальное значение для данного сплава: $\Delta T = 0.15$ К в поле $H = 0.49$ кЭ (рис. 13б). Погрешность данного метода составляет всего 0.003 К, разрешение – 1 мК.

Также в данном разделе следует упомянуть схожий метод, описанный в работе [70], в которой исследовали термоупругие свойства сплава Гейслера Ni_2MnGa при мартенситном превращении с помощью фототермического зеркала с временным разрешением. Метод фототермического зеркала показал высокую чувствительность при наблюдении за температурной зависимостью термоупругих свойств сплавов Гейслера и может быть расширен для исследования этих материалов под воздействием внешних магнитных полей.

ТЕРМОБАТАРЕЯ

Итальянскими авторами в 2014 г. была предложена экспериментальная установка для прямого измерения МКЭ образцов Gd толщиной 13–58 мкм на основе промышленного бесконтактного термобатарейного датчика температуры ZTP-135SR [35]. Термобатарейный датчик состоит из поглощающей мембраны размером 0.7×0.7 мм², расположенной поверх последовательно соединенных между собой массивов из 60 термоэлектрических переходов. Холодные спаи контактируют с радиатором в основании датчика. Термобатарея заключена в герметичный корпус с кремниевым окном, позволяющим пропускать ИК-излучение в диапазоне 6–16 мкм. Постоянная времени датчика по паспорту $\tau = 25$ мс. Выходное напряжение отражает разницу между температурой образца,

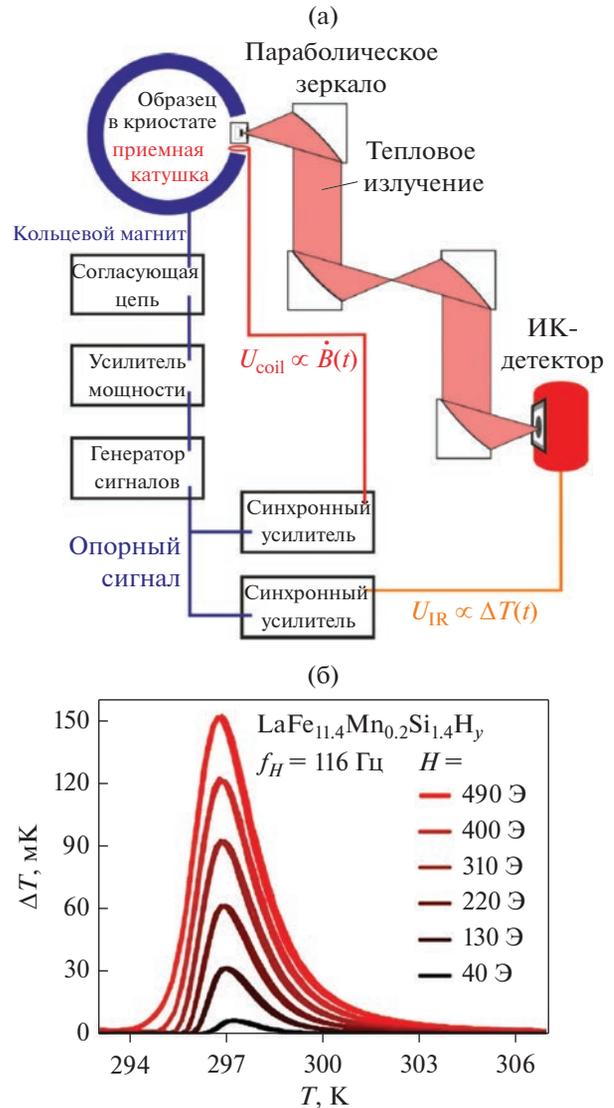


Рис. 13. (а) Схема экспериментальной установки для модуляционной ИК-термометрии. Осциллирующее магнитное поле, создаваемое электромагнитом с разъемным кольцом, вызывает за счет МКЭ изменения температуры образца, которые регистрируются по тепловому излучению, испускаемому образцом [45]. (б) Температурная зависимость МКЭ в образце сплава $\text{La}_{1,2}\text{Fe}_{11,4}\text{Mn}_{0,2}\text{Si}_{1,4}\text{H}_y$ при частоте модуляции $f_H = 116$ Гц и различных амплитудах магнитного поля 40–490 Э [45].

расположенного перед окном датчика, и температурой его основания. Выходной сигнал усиливается и фильтруется режекторным фильтром ($f_0 = 50$ Гц) и низкочастотным фильтром ($f_i: 200$ Гц), а затем обрабатывается через АЦП (BNC-2120 от National Instruments) с частотой дискретизации $f = 10$ кГц. Было проверено, что магнитное поле не влияет на отклик термобатареи.

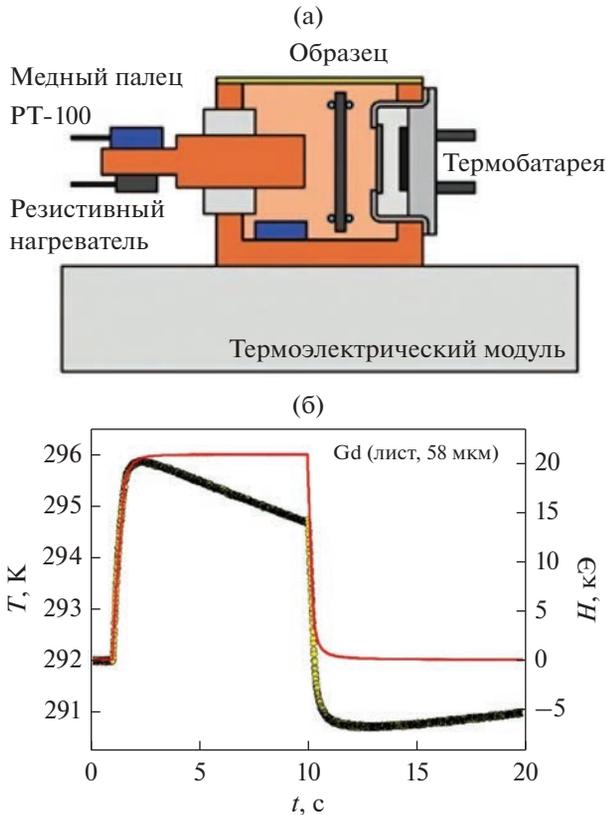


Рис. 14. (а) Схема экспериментальной установки для измерения МКЭ с помощью термобатареи. Медная камера, содержащая датчик-термобатарею (справа), образец (в центре) и медный палец (слева) [35]. (б) Прямое измерение МКЭ листа Gd (толщиной 58 мкм) при включении/выключении магнитного поля $H = 20$ кЭ. Профиль магнитного поля (красная линия) наложен на профиль температуры образца (желтые точки) [35].

Схема данной экспериментальной установки представлена на рис. 14а. Магнитное поле в установке создавали низко-индуктивным электро-

магнитом, способным генерировать магнитное поле до 24 кЭ. Время, необходимое источнику для достижения максимального поля, составляло ~ 1 с, а постоянная времени экспоненциального нарастания (63% от максимума) – меньше 0.3 с. Во время измерения в поле появляется короткий всплеск электрического шума. Этот шум, не зависящий от сигнала датчика, вычитается из измерений. Повторяемость измерения температуры была проверена повторным наблюдением за медной пластиной, температуру которой изменяли и стабилизировали с помощью резистивного нагревателя и датчика PT-100.

Надежность предложенной установки продемонстрирована путем сравнения измерений, выполненных на объемном образце Gd, с результатами, полученными на экспериментальной установке, основанной на термоспротивлении (чипе Senpox) и методом ДСК в магнитном поле.

Пример измерения МКЭ на пластине Gd толщиной 58 мкм представлен на рис. 14б. Максимальное значение для Gd: $\Delta T = 3.9$ К в поле $H = 20$ кЭ (рис. 14б). Также авторами было показано, что этот метод можно применять для измерения МКЭ на пластинах Gd толщиной всего 27 мкм [35].

СРАВНЕНИЕ РАЗНЫХ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ МКЭ

Приведем основные характеристики разных бесконтактных оптических методов для измерения МКЭ, известных в литературе, и сравним их между собой и с контактным методом измерений с помощью микротермопары (табл. 1).

По величине магнитного поля, которое использовалось при измерениях МКЭ, лидирует микротермопара, которую применяли в СИМП до 620 кЭ [25]. Большим потенциалом использования в полях такой величины, благодаря своим

Таблица 1. Сравнение микротермопары (тип Т, толщина проводов – 25 мкм) и современных бесконтактных оптических методов измерения МКЭ по основным характеристикам

	Микротермопара (25 мкм)	ВОДТ	ИК-камера COX CG640	Мираж-эффект [38]	Модуляц. ИК-термометрия [45]	Термобатарея [35]
Магнитное поле, кЭ	до 620	до 130	14	10	0.5	24
Частота дискретизации, кГц	10	1000	0.03	~ 0.1	~ 1	10
Постоянная времени детектора, мкс	~ 500	≤ 1	8000	100	0.5	25000
Спектральный диапазон детектора, мкм	–	5–14	8–14	0.4–1.5	2–12	6–16
Погрешность измерения температуры, К	0.2	0.1	2	0.1	0.003	0.2
Разрешение по температуре, мК	25	15	50	~ 50	1	~ 100

конструктивным особенностям и высокой помехоустойчивости, обладает ВОДТ – его применяли в СИМП только до 130 кЭ [46], однако это значительно превосходит другие бесконтактные методы. В других рассматриваемых системах измерения МКЭ магнитные поля не превышали 24 кЭ (табл. 1). Также для работы в импульсных и переменных полях требуется высокая частота дискретизации данных, так как поле нарастает за характерное время 1–10 мс, поэтому в таких экспериментах используются частоты от $f = 10$ кГц. Частота смены кадров в ИК-камерах ниже, однако в известных экспериментах она достигает величины только в 100 Гц [41].

Постоянная времени детектора зависит от физических принципов его действия. Лучшее время (≤ 1 мкс) показывают детекторы, работающие при низких температурах, а в нашем случае это охлаждаемые жидким азотом фоторезисторы на основе CdHgTe, уверенно перекрывающие диапазон среднего ИК-излучения 5–14 мкм (рис. 2б). Соответственно, следуя формуле (3), измерения можно вести в диапазоне температур 200–600 К. Неохлаждаемые датчики на основе микроболометров (используемые в ИК-камерах), как и термобатарей, работающие примерно в таком же спектральном диапазоне, показывают постоянную времени на уровне десятков миллисекунд, т.е. на 4 порядка хуже охлаждаемых. Используя такие типы детекторов, сложно вести измерения на высоких частотах и в коротких по длительности СИМП. Некоторую конкуренцию охлаждаемым датчикам по этому параметру могут составить кремниевые детекторы (мираж-эффект) и контактные микротермопары, однако их время отклика также на 2 порядка выше (табл. 1).

С точки зрения минимизации погрешности измерения температуры уникальным является метод модуляционной ИК-термометрии, показывающий значение погрешности всего 0.003 К, то есть на 3 порядка лучше, чем микротермопары. Метод ИК-термографии, напротив, показывает высокие значения погрешности до 2 К (обычно, значение для ИК-камер составляет 1 К). Другие известные оптические методы показывают среднее значение погрешности 0.1 К (табл. 1).

Важнейшим параметром детекторов температуры, определяющим качество получаемых результатов, является его разрешение по температуре. Разрешение детектора (или, иначе, его температурная чувствительность) измеряется в мК и характеризует такой шаг в изменения температуры образца, сигнал от которой равен сигналу от шума. Детектор фиксирует не только полезный сигнал теплового излучения объекта, но и сторонний шум, который мешает формировать качественный сигнал. Когда шум равен самой малой

разнице температур, поддающейся измерению – детектор больше не может различать полезный тепловой сигнал. Безусловно, авторы каждого из представленных методов исследования стремились минимизировать шумы в измерительной системе, однако рекордсменом здесь является метод модуляционной ИК-термометрии с разрешением в 1 мК, а ВОДТ достигает значения в 15 мК. В обоих методах такие значения возможны за счет использования детекторов, охлаждаемых жидким азотом. В то же время для микротермопары типа Т вблизи комнатной температуры разрешение будет не хуже 25 мК, а для различных ИК-камер от 20 до 50 мК. Примерное значение в 50 мК можно получить для дефлекционного метода (мираж-эффект) и, около 100 мК для термобатарей (табл. 1).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Измерение адиабатического изменения температуры пластин, фольг и лент в сильных магнитных полях имеет основополагающее значение для разработки инновационных устройств на основе тонких, микроструктурированных или композитных материалов с МКЭ, так как они обладают лучшими характеристиками теплосъема, чем объемные образцы. При исследовании таких образцов контактные методы измерения температуры дают большую погрешность. Систематическая ошибка в измерениях может быть очень велика из-за плохого теплового контакта датчика с образцом, или, напротив, избыточного теплоотвода через датчик, поэтому для измерения температуры тонких или композитных образцов (как в магнитном поле, так и в его отсутствие) больше подходят бесконтактные оптические методы.

Еще одним недостатком контактных методов измерения температуры, несмотря на микронные размеры термодатчиков, является длительное (по сравнению с длительностью магнитного импульса) время отклика – порядка 1 мс – вследствие их тепловой инерции. Сравнивая между собой разные бесконтактные оптические методы измерения температуры, можно сказать, что наилучшими характеристиками по быстродействию – на уровне 1 мкс – обладают системы, в которых детекторы работают при криогенных температурах (охлаждаются жидким азотом). Тем не менее каждый из рассмотренных бесконтактных оптических методов измерения МКЭ может найти свою нишу для применений – в зависимости от требований по временному разрешению и величине магнитного поля.

Примером, подтверждающим сказанное выше, может быть сравнение данных с микротермопары (тип Т, толщина проводов – 25 мкм) и ВОДТ, полученных для композитных образцов на

основе MnAs в импульсных магнитных полях до 40 кЭ при одинаковых протоколах измерений (последовательные нагрев/охлаждение). Сравнение показало, что данные с микротермопары значительно уступают по достоверности данным с ВОДТ. Значения МКЭ с микротермопары занижены на ~0.5 К и существует значительная задержка максимума эффекта на ~15 мс, в связи с чем кривые зависимости $\Delta T(H)$ сильно уширяются. Этот пример показывает, что из-за структурных особенностей образца и недостаточного быстродействия детектора можно получить недостоверные данные.

Основным недостатком контактных датчиков температуры (микротермопар и пленочных терморезисторов) при измерениях в магнитных полях является влияние электромагнитных помех на их показания, пропорциональное производной магнитного поля по времени. Бесконтактные оптические методы лишены такого недостатка — во всех известных системах измерения магнитное поле не влияет на показания используемых детекторов, что является основным преимуществом таких методов. Только оптические методы измерения температуры могут обеспечить высокую точность одновременно с высоким быстродействием при измерениях в сильных магнитных полях.

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Исследование выполнено за счет средств Российского научного фонда (проект № 22-29-01201, <https://rscf.ru/project/22-29-01201/>, ФГБУН Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук, г. Москва).

Авторы выражают благодарность коллегам *Tino Gottschall* и *Eduard Vykov* из Лаборатории сильных магнитных полей (HLD) Центра им. Гельмгольца Дрезден-Россендорф (HZDR), члена Европейской лаборатории магнитного поля (EMFL) за помощь в проведении экспериментов в импульсных магнитных полях.

Нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Кольм Г., Фриман А.* Сильные магнитные поля // УФН. 1966. Т. 88. № 4. С. 703–723.
2. *Вонсовский С.В.* Ферромагнетизм как проблема упорядочения // Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1947. Т. 11. С. 485.
3. *Гинзбург В.А.* О поведении ферромагнетиков вблизи точки Кюри // ЖЭТФ. 1947. Т. 17. С. 833–836.
4. *Néel L.* Propriétés magnetiques des ferrites-ferrimagnetisme et antiferromagnetisme // Ann. Phys. 1948. V. 3. № 2. P. 137–198.
5. *Bean C.P., Rodbell D.S.* Magnetic disorder as a first-order phase transformation // Phys. Rev. 1962. V. 126. № 1. P. 104–115.
6. *Белов К.П.* Магнитные превращения. М.: Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1959. 260 с.
7. *Мушников Н.В.* Магнетизм и магнитные фазовые переходы: учебное пособие. Екб.: Изд-во Урал. унта, 2017. 168 с.
8. *Moya X., Kar-Narayan S., Mathur N.D.* Caloric materials near ferroic phase transitions // Nature Mater. 2014. V. 13. № 5. P. 439–450.
9. *Tishin A.M., Spichkin Y.I.* The magnetocaloric effect and its applications // Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia. 2003. 480 p.
10. *Franco V., Blázquez J.S., Ipus J.J., Law J.Y., Moreno-Ramírez L.M., Conde A.* Magnetocaloric effect: From materials research to refrigeration devices // Prog. Mater. Sci. 2018. V. 93. P. 112–232.
11. *Соколовский В.В., Мирошкина О.Н., Бучельников В.Д., Марченков В.В.* Магнитокалорический эффект в металлах и сплавах // ФММ. 2022. Т. 123. № 4. С. 339–343.
12. *Levitin R.Z., Snegireva V.V., Kopylov A.V., Lagutin A.S., Gerber A.* Magnetic method of magnetocaloric effect determination in high pulsed magnetic fields // J. Magn. Magn. Mater. 1997. V. 170. № 1. P. 223–227.
13. *Dan'kov S.Yu., Tishin A.M., Pecharsky V.K., Gschneidner Jr. K.A.* Magnetic phase transitions and the magnetothermal properties of gadolinium // Phys. Rev. B. 1998. V. 57. № 6. P. 3478–3490.
14. *Marioni M.A., O'Handley R.C., Allen S.M.* Pulsed magnetic field-induced actuation of Ni–Mn–Ga single crystals // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 83. № 19. P. 3966–3968.
15. *Kohama Y., Jaime M., Marcenat C., Klein T.* AC measurement of heat capacity and magnetocaloric effect for pulsed magnetic fields // Rev. Sci. Instrum. 2010. V. 81. № 10. P. 104902.
16. *Kihara T., Katakura I., Tokunaga M., Matsuo A., Kawaguchi K., Kondo A., Kindo K., Ito W., Xu X., Kainuma R.* Optical imaging and magnetocaloric effect measurements in pulsed high magnetic fields and their application to Ni–Co–Mn–In Heusler alloy // J. Alloy. Comp. 2013. V. 577. P. S722–S725.
17. *Kihara T., Kohama Y., Hashimoto Y., Katsumoto S., Tokunaga M.* Adiabatic measurements of magnetocaloric effects in pulsed high magnetic fields up to 55 T // Rev. Sci. Instrum. 2013. V. 84. № 7. P. 074901.
18. *Gottschall T., Skourski Y., Zavareh M.G., Wosnitza J., Kuz'min M.D., Skokov K.P., Fries M., Gutfleisch O., Schlagel D.L., Mudryk Y., Pecharsky V.* Magnetocaloric effect of gadolinium in high magnetic fields // Phys. Rev. B. 2019. V. 99. № 13. P. 134429.
19. *Kihara T., Tokunaga M., Xu X., Kainuma R., Ito W.* Direct measurements of inverse magnetocaloric effects in metamagnetic shape-memory alloy N–CoMnIn // Phys. Rev. B. 2014. V. 90. № 21. P. 214409.
20. *Nayak A.K., Mejia C.S., D'Souza S.W., Chadov S., Felser C., Nicklas M., Skourski Y.* Large field-induced irreversibility in Ni–Mn based Heusler shape-memory

- alloys: A pulsed magnetic field study // *Phys. Rev. B*. 2014. V. 90. № 22. P. 220408.
21. *Zavareh M.G., Skourski Y., Wosnitza J., Salazar Mejía C., Nayak A.K., Felser C., Nicklas M.* Direct measurements of the magnetocaloric effect in pulsed magnetic fields: The example of the Heusler alloy $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{35}\text{In}_{15}$ // *Appl. Phys. Lett.* 2015. V. 106. № 7. P. 071904.
 22. *Salazar Mejía C.S., Nayak A.K., Felser C., Nicklas M., Ghorbani Zavareh M., Skourski Y., Wosnitza J.* Pulsed high-magnetic-field experiments: New insights into the magnetocaloric effect in Ni–Mn–In Heusler alloys // *J. Appl. Phys.* 2015. V. 117. № 17. P. 17E710.
 23. *Gottschall T., Skokov K.P., Gutfleisch O., Scheibel F., Acet M., Farle M., Zavareh M.G., Skourski Y., Wosnitza J.* Dynamical Effects of the Martensitic Transition in Magnetocaloric Heusler Alloys from Direct ΔT_{ad} Measurements under Different Magnetic-Field-Sweep Rates // *Phys. Rev. Appl.* 2016. V. 5. № 2. P. 024013.
 24. *Zavareh M.G., Skourski Y., Zvyagina L., Wosnitza J., Skokov K.P., Karpenkov D.Y., Gutfleisch O., Waske A., Haskel D., Zhernenkov M.* Direct Measurement of the Magnetocaloric Effect in $\text{La}(\text{Fe},\text{Si},\text{Co})_{13}$ Compounds in Pulsed Magnetic Fields // *Phys. Rev. Appl.* 2017. V. 8. № 1. P. 014037.
 25. *Gottschall T., Kuz'min M.D., Skokov K.P., Skourski Y., Fries M., Gutfleisch O., Ghorbani Zavareh M., Schlagel D.L., Mudryk Y., Pecharsky V., Wosnitza J.* Magnetocaloric effect of gadolinium in high magnetic fields // *Phys. Rev. B*. 2019. V. 99. P. 134429.
 26. *Каманцев А.П., Амиров А.А., Кошкидько Ю.С., Салазар Мехиа К., Маширов А.В., Алиев А.М., Коледов В.В., Шаэров В.Г.* Магнитокалорический эффект в сплаве $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ в импульсных магнитных полях до 50 Т // *ФТТ*. 2020. Т. 62. № 1. С. 117–120.
 27. *Koshkid'ko Y.S., Cwik J., Rogacki K., Dilmieva E.T., Kamantsev A.P., Mashirov A.V., Shavrov V.G., Koledov V.V., Khovaylo V.V., Mejia C.S., Zagrebin M.A., Sokolovskiy V.V., Buchelnikov V.D., Ari-Gur P., Bhale P.* Magnetocaloric effect and magnetic phase diagram of Ni–Mn–Ga Heusler alloy in steady and pulsed magnetic fields // *J. Alloy. Comp.* 2022. V. 904. P. 164051.
 28. *Salazar Mejía C., Niehoff T., Straßheim M., Bykov E., Skourski Y., Wosnitza J., Gottschall T.* On the high-field characterization of magnetocaloric materials using pulsed magnetic fields // *J. Phys. Energy*. 2023. V. 5. P. 034006.
 29. *Лоско К., Мемме Г.* Погрешности термопар при измерении температуры в магнитных полях / Измерение температур и объектах новой техники // *Мир*, М. 1965. С. 29–36.
 30. *Sample H.H., Neuringer L.J., Rubin L.G.* Low temperature thermometry in high-magnetic fields. III Carbon resistors (0.5–4.2 K); thermocouples // *Rev. Sci. Instrum.* 1974. V. 45. № 1. P. 64–73.
 31. *McDonald D.W.* Temperature measurement error due to the effects of time varying magnetic fields on thermocouples with ferromagnetic thermoelements // *Rev. Sci. Instrum.* 1977. V. 48. № 8. P. 1106–1107.
 32. *Kollie T.G.* Thermocouple errors due to magnetic field // *Rev. Sci. Instrum.* 1977. V. 48. № 5. P. 501–511.
 33. *Shir F., Mavriplis C., Bennett L.H.* Effect of magnetic field dynamics on the copper-constantan thermocouple performance // *Instrum. Sci. Technol.* 2005. V. 33. № 6. P. 661–671.
 34. *Bourg M.E., Van der Veer W.E., Grüell A.G., Penner R.M.* Electrodeposited submicron thermocouples with microsecond response times // *Nano Lett.* 2007. V. 7. № 10. P. 3208–3213.
 35. *Cugini F., Porcari G., Solzi M.* Non-contact direct measurement of the magnetocaloric effect in thin samples // *Rev. Sci. Instrum.* 2014. V. 85. № 7. P. 074902.
 36. *Cugini F., Porcari G., Viappiani C., Caron L., dos Santos A.O., Cardoso L.P., Passamani E.C., Proveti J.R.C., Gama S., Brück E., Solzi M.* Millisecond direct measurement of the magnetocaloric effect of a Fe_2P -based compound by the mirage effect // *Appl. Phys. Lett.* 2016. V. 108. № 1. P. 012407.
 37. *Cugini F., Orsi D., Bruck E., Solzi M.* Direct measurement of the magnetocaloric effect on micrometric Ni–Mn–(In, Sn) ribbons by the mirage effect under pulsed magnetic field // *Appl. Phys. Lett.* 2018. V. 113. № 13. P. 232405.
 38. *Amirov A.A., Kamantsev A.P., Aliiev A.M., Cugini F., Solzi M., Koledov V.V., Shavrov V.G., Gottschall T., Spichkin Yu.I.* Direct measurements of the magnetocaloric effect of $\text{Fe}_{49}\text{Rh}_{51}$ using the mirage effect // *J. Appl. Phys.* 2020. V. 127. № 23. P. 233905.
 39. *Christensen D.V., Bjørk R., Nielsen K.K., Bahl C.R.H., Smith A., Clausen S.* Spatially resolved measurements of the magnetocaloric effect and the local magnetic field using thermography // *J. Appl. Phys.* 2010. V. 108. № 6. P. 063913.
 40. *Hirayama Y., Iguchi R., Miao X.F., Hono K., Uchida K.I.* High-throughput direct measurement of magnetocaloric effect based on lock-in thermography technique // *Appl. Phys. Lett.* 2017. V. 111. № 16. P. 163901.
 41. *Pereira M.J., Santos T., Correia R., Amaral J., Amaral V.S., Fabbrici S., Albertini F.* Direct measurement and imaging of magnetocaloric effect inhomogeneities at the microscale in $\text{Ni}_{44}\text{Co}_6\text{Mn}_{30}\text{Ga}_{20}$ with infrared thermography // *J. Magn. Magn. Mater.* 2021. V. 538. P. 168283.
 42. *Pereira M.J., Santos T., Correia R., Amaral J., Amaral V.S., Fabbrici S., Albertini F.* Mapping the magnetocaloric effect at the microscale on a ferromagnetic shape memory alloy with infrared thermography // *J. Phys.: Mater.* 2023. V. 6. № 2. P. 024002.
 43. *Döntgen J., Rudolph J., Gottschall T., Gutfleisch O., Salomon S., Ludwig A., Hägele D.* Temperature dependent low-field measurements of the magnetocaloric ΔT with sub-mK resolution in small volume and thin film samples // *Appl. Phys. Lett.* 2015. V. 106. № 3. P. 032408.
 44. *Döntgen J., Rudolph J., Waske A., Hägele D.* Modulation infrared thermometry of caloric effects at up to kHz frequencies // *Rev. Sci. Instrum.* 2018. V. 89. № 3. P. 033909.
 45. *Döntgen J., Rudolph J., Gottschall T., Gutfleisch O., Hägele D.* Millisecond dynamics of the magnetocaloric

- effect in a first- and second-order phase transition material // *Energy Technol.* 2018. V. 6. № 8. P. 1470–1477.
46. *Kamantsev A.P., Koledov V.V., Mashirov A.V., Shavrov V.G., Yen N.H., Thanh P.T., Quang V.M., Dan N.H., Los A.S., Gilewski A., Tereshina I.S., Butvina L.N.* Measurement of magnetocaloric effect in pulsed magnetic fields with the help of infrared fiber optical temperature sensor // *J. Magn. Magn. Mater.* 2017. V. 440. P. 70–73.
 47. *Каманцев А.П., Коледов В.В., Шавров В.Г., Бутвина Л.Н., Головчан А.В., Сиваченко А.П., Тодрис Б.М., Вальков В.И., Кошелев А.В., Шандрюк Г.А.* Магнитокалорический эффект и намагниченность композитного материала на основе MnAs в импульсных магнитных полях до 40 кЭ // *Челябинский физико-математический журнал.* 2020. Т. 5. № 4. С. 537–544.
 48. *Каманцев А.П., Коледов В.В., Шавров В.Г., Бутвина Л.Н., Головчан А.В., Вальков В.И., Тодрис Б.М., Таскаев С.В.* Магнитокалорический эффект и намагниченность гадолиния в квазистационарных и импульсных магнитных полях до 40 кЭ // *ФММ.* 2022. Т. 123. № 4. С. 448–452.
 49. *Butvina L.* Polycrystalline fibers. Chapter 6. Infrared fiber optics // CRC press, Cop. 1998. P. 209–249.
 50. *Butvina L.N., Kolesnikov Y.G., Prokashev V.A.* Crystal-line fibres for the IR region // *Soviet lightwave communications.* 1991. V. 1. № 1. P. 65–70.
 51. *Butvina L.N., Sereda O.V., Dianov E.M., Lichkova N.V., Zagorodnev V.N.* Single-mode microstructured optical fiber for the middle infrared // *Optics letters.* 2007. V. 32. № 4. P. 334–336.
 52. *Бутвина А.Л., Бутвина Л.Н., Охримчук А.Г.* Одно-модовые экструзионные поликристаллические световоды галогенидов серебра с потерями меньше 1 дБ/м для CO₂ лазера // *Прикладная фотоника.* 2020. Т. 7. № 4. С. 61–75.
 53. *Пилушко С.М., Умнов В.О., Зараменских К.С., Кузнецов М.С., Бутвина Л.Н., Полякова Г.В., Морозов М.В., Демина А.Ю.* Технология производства оптического волокна ИК-диапазона из галогенидов серебра и таллия и его применение в промышленности // *Оптические технологии, материалы и системы. Сборник докладов Международной научно-технической конференции ИПТИП РТУ МИРЭА.* 2022. С. 234–239.
 54. *Рогальский А.* Инфракрасные детекторы // *Наука, Новосибирск.* 2003. 636 с.
 55. *Пономаренко В.П.* Теллурид кадмия–ртути и новое поколение приборов инфракрасной фотоэлектроники // *УФН.* 2003. Т. 173. № 6. С. 649–665.
 56. *Джексон Р.Г.* Новейшие датчики. М.: Техносфера, 2007. 384 с.
 57. *Окосу Т., Окамото К., Оцу М.* Волоконно-оптические датчики. Ленинград: Энергоатомиздат, 1991. 256 с.
 58. *Алексеев Н.Г., Прохоров В.А., Чмутов К.В.* Современные электронные приборы и схемы в физико-химическом исследовании. М.: Химия, 1971. 496 с.
 59. *Пономаренко В.П.* Квантовая фотосенсорика. М.: НПО Орион, 2018. 647 с.
 60. *Brück E., Tegus O., Thanh C.D.T., Trung N.T., Buschow K.H.J.* A review on Mn based materials for magnetic refrigeration: Structure and properties // *Inter. J. Refrig.* 2008. V. 31. № 5. P. 763–770.
 61. *Koshkid'ko Y.S., Cwik J., Rogacki K., Kowalska D., Dilmieva E.T., Kamantsev A.P., Koledov V.V., Mashirov A.V., Shavrov V.G., Valkov V.I., Golovchan A.V., Sivachenko A.P., Shevyrtaiov S.N., Rodionova V.V., Shchetinin I.V., Sampath V.* Giant reversible adiabatic temperature change and isothermal heat transfer of MnAs single crystals studied by direct method in high magnetic fields // *J. Alloy. Comp.* 2019. V. 798. P. 810–819.
 62. *Вавилов В.П., Климов А.Г.* Тепловизоры и их применение. М.: Интел универсал, 2002. 87 с.
 63. *Lhéritier P., Nouchokgwe Y., Kovacova V., Torelló À., Defay E., Hong C.-H., Jo W.* Measuring lead scandium tantalate phase transition entropy by infrared camera // *J. Europ. Ceram. Soc.* 2021. V. 41. № 14. P. 7000–7004.
 64. *Morozov E., Kuznetsov D., Kalashnikov V., Victor K., Shavrov V.* Thermoelastic properties and elastocaloric effect in rapidly quenched ribbons of Ti₂NiCu alloy in the amorphous and crystalline state // *Crystals.* 2021. V. 11. № 8. P. 949.
 65. *Каманцев А.П., Амиров А.А., Юсупов Д.М., Головчан А.В., Ковалёв О.Е., Комлев А.С., Алиев А.М.* Магнитокалорический эффект в композитах на основе La(Fe,Mn,Si)₁₃H_x: эксперимент и теория // *ФММ.* 2023. Т. 124. № 11. С. 1074–1085.
 66. *Kuo P.K., Lin M.J., Reyes C.B., Favro L.D., Thomas R.L., Kim D.S., Zhang S., Inglehart L.J., Fournier D., Voccaro A.C., Yacoubi N.* Mirage-effect measurement of thermal diffusivity. Part I: experiment // *Can. J. Phys.* 1986. V. 64. № 9. P. 1165–1167.
 67. *Voccaro C., Fournier D., Badoz J.* Thermo-optical spectroscopy: Detection by the “mirage effect” // *Appl. Phys. Lett.* 1980. V. 36. № 2. P. 130–132.
 68. *Скворцов Л.А.* Основы фототермической радиометрии и лазерной термографии. М.: Техносфера, 2019. 220 с.
 69. *Kamantsev A.P., Amirov A.A., Zaporozhets V.D., Gribanov I.F., Golovchan A.V., Valkov V.I., Pavlukhina O.O., Sokolovskiy V.V., Buchelnikov V.D., Aliev A.M., Koledov V.V.* Effect of Magnetic Field and Hydrostatic Pressure on Metamagnetic Isostructural Phase Transition and Multicaloric Response of Fe₄₉Rh₅₁ Alloy // *Metals.* 2023. V. 13. № 5. P. 956.
 70. *Bonadio T.G., Pezarini R.R., Medina A.N., Zanuto V.S., Baesso M.L., Montanher D.Z., Astrath N.G.* Thermoelastic properties across martensitic transformation of Ni₂MnGa Heusler alloy from time-resolved photothermal mirror // *Phys. B: Cond. Matt.* 2021. V. 605. P. 412713.

Advanced Non-Contact Optical Methods for Magnetocaloric Effect Measuring**A. P. Kamantsev^{1, *}, A. A. Amirov², D. M. Yusupov², L. N. Butvina³, Yu. S. Koshkid'ko⁴,
A. V. Golovchan^{1, 5}, V. I. Valkov⁵, A. M. Aliev², V. V. Koledov¹, and V. G. Shavrov¹**¹ *Kotelnikov Institute of Radioengineering and Electronics of Russian Academy of Sciences, Moscow, 125009 Russia*² *Amirkhanov Institute of Physics DFRC RAS, Makhachkala, Republic of Dagestan, 367003 Russia*³ *Prokhorov General Physics Institute of Russian Academy of Sciences, Dianov Fiber Optics Research Center,
Moscow, 119333 Russia*⁴ *Institute of Low Temperature and Structure Research of Polish Academy of Sciences, Wrocław, 50-422 Poland*⁵ *Galkin Donetsk Institute for Physics and Engineering, Donetsk, 283048 Russia***e-mail: kaman4@gmail.com*

Abstract—A big problem in magnetic and, in particular, magnetocaloric studies is the accurate measurement of the temperature of materials, especially in high pulsed and alternating magnetic fields. The disadvantages of the used contact temperature sensors (microthermocouples and film thermistors) are: (1) the influence of electromagnetic interference on their readings, proportional to the time derivative of the magnetic field, (2) their relatively long response time due to thermal inertia, (3) the impossibility of accurate measurement temperatures of thin and microstructured samples. The described difficulties can be avoided by using contactless optical methods for measuring the temperature of magnetic materials in high magnetic fields. This review describes advanced non-contact optical methods for measuring the magnetocaloric effect using known materials as an example, and provides a comparative analysis of the main characteristics of these methods, such as: maximum magnetic field, sampling frequency, time constant and spectral range of the detector, error and temperature resolution.

Keywords: magnetocaloric effect, non-contact temperature measurement, optical methods, high magnetic fields, magnetostructural phase transitions