### PROIECT PN II-ID-PCE-2011-3-0036 (contract 7/05.10.2011) " Calorimetrie fotopiroelectrica de inalta rezolutie pentru nanofluide magnetice"

#### Raport anual de cercetare: Etapa 3 / 15.12.2013

Obiectiv general: Calorimetrie PPE pentru investigarea efuzivitatii termice a nanofluidelor magnetice.

# I. Selectia configuratiei de detectie, a ecuatiilor teoretice utilizabile si setarea parametrilor experimentali pentru masurarea efuzivitatii termice a nanofluidelor magnetice.

In primul raport de cercetare al acestui proiect au fost deduse cazurile particulare de interes experimental pentru masurarea parametrilor termici statici si dinamici ai lichidelor. Sa demostrat faptul ca efuzivitatea termica se poate obtine doar in configuratia inversa (front detection configuration). In aceasta configuratie, se iradiaza senzorul aflat in configuratie šfrontö, iar proba lichida, aflata in pozitie šbackö, actioneaza ca radiator, extragind caldura din senzor. Pentru simplitate se šobligaö radiatia sa fie absorbita pe suprafata anterioara (contactul electric frontal) a senzorului opac. In cele ce urmeaza vom analiza din punct de vedere teoretic configuratia FPPE, si vom stabili conditiile in care aceasta configuratie este utila in investigarea efuzivitatii termice a lichidelor.

# I.1. Deducerea ecuatiilor teoretice pentru semnalul PPE in configuratia inversa (front configuration) si selectia cazurilor de detectie in care faza semnalului depinde intr-un mod simplu de efuzivitatea termica a probei.

# I.1. a. Configuratia FPPE cu 2 straturi, combinata cu scanul frecventei de modulare a radiatiei incidente.

Pentru a deduce ecuatiile teoretice pentru detectia in configuratia front cu 2 straturi (piroelectric direct iradiat + proba) se foloseste de obicei geometria generala din Fig. I.1., in care stratul õmö este redus la grosime zero, iar substratul õsö joaca rol de proba.



Fig. I.1. Schema celulei generale de detectie PPE.

Punind conditiile de fereastra (w) transparenta si substrat termic gros, semnalul FPPE e dat de relatia:

$$V = \frac{V_0}{(b_{wp} + 1)} \frac{1 - e^{-\sigma_p L_p} + R_{sp} (e^{-2\sigma_p L_p} - e^{-\sigma_p L_p})}{1 - R_{wp} R_{sp} e^{-2\sigma_p L_p}}$$
(1)

unde  $b_{ij}$  este raportul efuzivitailor straturilor i si j, iar  $R_{ij}$  este coeficientul de reflexie a undei termice la interfata ij.

Pentru a elimina factorul instrumental  $V_0$ , se foloseste un procedeu de normalizare. Cel mai bun semnal de referinta se obtine cu aer in loc de substrat. In acest caz  $R_{sp} = R_{gp} = -1$ , si se obtine pentru semnalul normalizat expresia:

$$V_n = 1 - (1 + R_{sp})e^{-\sigma_p L_p}$$
(2)

Daca extragem din relatia anterioara faza si amplitudinea obtinem, pentru faza:

$$\Theta = \arctan \frac{(1+R_{sp})\sin(a_p L_p)e^{-a_p L_p}}{1-(1+R_{sp})\cos(a_p L_p)e^{-a_p L_p}}$$
(3)

iar pentru amplitudine:

$$|V_n| = \left\{ \left[ (1+R_{sp})\sin(a_p L_p)e^{-a_p L_p} \right]^2 + \left[ 1 - (1+R_{sp})\cos(a_p L_p)e^{-a_p L_p} \right]^2 \right\}^{1/2}$$
(4)

Daca expresia amplitudinii pare destul de complicata pentru determinari experimentale, faza semnalului FPPE poate fi usor utilizata pentru obtinerea efuzivitatii stratului de proba (s). Din Ec. (2),  $R_{sp}$  se poate exprima ca:

$$R_{sp} = \frac{\tan\Theta}{\left[\sin(a_p L_p) + \cos(a_p L_p)\tan\Theta\right]e^{-a_p L_p}} - 1$$
(5)

iar efuzivitatea probei ca:

$$e_s = e_p \frac{1 + R_{sp}}{1 - R_{sp}} \tag{6}$$

In practica se face un scan al frecventei de modulare a radiatiei incidente si se gaseste efuzivitatea termica a probei pe baza unui fit al datelor experimentale cu Ec. (3), avind  $e_s$  ca parametru de fit.

Procedura descrisa in acest paragraph are o rezolutie buna, dar prezinta dezavantajul normalizarii, care necesita umplerea si golirea celulei de detectie fara ca aceasta sa fie miscata in raport cu fasciculul laser (procedeu destul de greu de realizat).

#### I.1. b. Configuratia FPPE cu 4 straturi, combinata cu tehnica TWRC pentru scanare.

Aceasta configuratie, desi prezinta complicatia unui numar mai mare de straturi ale celulei de detectie, prezinta o serie de avantaje. Primul este posibilitatea introducerii lichidului de investigat intr-o celula care previne scurgerea lui sau evaporarea. Al doilea avantaj esential este utilizarea ca parametru de scanare a grosimii fluidului de cuplaj (tehnica TWRC ó thermal wave resonator cavity). Acest procedeu permite pastrarea grosimii termice dorite pentru toate straturile celulei de detectie si variatia doar a grosimii fluidului de cuplare.

Schema celulei de detectie este prezentata in Fig.I. 2.



Fig. I. 2. Schema celulei de detectie in configuratia FPPE-TWRC cu 4 straturi.

Din punct de vedere teoretic, semnalul complex FPPE e dat de relatia:

$$V_{n} = \frac{1 - R_{21}e^{-2} L_{1}}{1 - L_{1}e^{-2} L_{1}} * \frac{\left(e^{-1}L_{1} - 1\right) - L_{1}\left(e^{-1}L_{1} - e^{-2} L_{1}\right)}{\left(e^{-1}L_{1} - 1\right) - R_{21}\left(e^{-1}L_{1} - e^{-2} L_{1}\right)}$$
(7)

unde au fost utilizate notatii standard:

$$R_{21} = \frac{1 - b_{21}}{1 + b_{21}}$$

$${}_{21} = \frac{(1 - b_{21}) + {}_{32}(1 + b_{21})e^{-2}{}_{2}L_{2}}{(1 + b_{21}) + {}_{32}(1 - b_{21})e^{-2}{}_{2}L_{2}}$$

$${}_{32} = \frac{(1 - b_{32}) + {}_{43}(1 + b_{32})e^{-2}{}_{3}L_{3}}{(1 + b_{32}) + {}_{43}(1 - b_{32})e^{-2}{}_{3}L_{3}}$$

$${}_{43} = \frac{1 - b_{43}}{1 + b_{43}}$$
(8)

õSemnal normalizatö in Ec. (7) se refera la semnalul obtinut cu celula cu 4 straturi (senzor direct iradiat (1), fluid de cuplaj (2), separator (3) si lichid semi-infinit (4)), normalizat la semnalul obtinut cu fluid de cuplaj semi-infinit.

In ecuatiile (7-8)  $_{j} = (1+i)a_{j}$ ,  $= (2 / )^{1/2}$ ,  $b_{ij} = e_i / e_j$ , si *e* reprezinta difuzivitatea si respectiv efuzivitatea termica, este frecventa unghiulara de modulare a radiatiei incidente, si *a* sint coeficientul complex de difuzie termica si respectiv inversul lungimii de difuzie termica (a = 1/).

Ec. (7) indica faptul ca semnalul FPPE depinde de difuzivitatea si efuzivitatea termica a primelor trei straturi ale celulei de detectie (senzor, fluid de cuplare si separator) si de efuzivitatea termica a materialului situat in pozitie de õbackingö. In concluzie, daca backingul este lichid, se poate obtine efuzivitatea sa termica efectuind un scan al fazei semnalului in functie de grosimea fluidului de cuplaj. Metoda matematica dezvoltata pentru obtinerea valorii efuzivitatii termice este un fit al fazei semnalului FPPE cu grosimea absoluta a fluidului de cuplaj si efuzuvitatea termica a backingului ca parametrii de fit.

#### I. 2. Corelarea teoriei cu posibilitatile experimentale.

Posibilitatile experimentale sint legate de instrumentatia aflata la dispozitia colectivului, instrumentatie ce va fi descrisa ulterior. Principalii parametrii in corelarea teoriei cu experimentul sint: (i) tipul si grosimea senzorului piroelectric; (ii) frecventele de modulare a radiatiei; (iii) intervalul de scanare a grosimii fluidului de cuplaj.

## I.2.a. Tipul si grosimea senzorului piroelectric

Din multitudinea de senzori piroelectrici existenti, am demonstrat in raportul de faza anterior ca cei mai potriviti pentru scopul propus sint monocristalele de LiTaO<sub>3</sub>. Colectivul nostru detine LiTaO<sub>3</sub> sub forma de placute de grosimi tipice comerciale de 100 $\mu$ m, 215 $\mu$ m, 400 $\mu$ m si 500 $\mu$ m. In configuratia FPPE, primul strat din celula de detectie este senzorul piroelectric, care prezinta electrozi opaci, radiatia fiind absorbita pe primul electrod. Avind in vedere ca unda termica degajata la nivelul primului electrod trebuie sa strabata senzorul si straturile urmatoare, este absolut necesar ca senzorul sa fie subtire din punct de vedere termic. In aceste conditii vor fi folositi in experimente senzori de 215 $\mu$ m si 100  $\mu$ m.

# I.2.b. Frecventa de modulare a radiatiei incidente si grosimea straturilor celulei de detectie

Frecventa de modulare a radiatiei incidente trebuie corelata cu grosimea senzorului si a lichidului de investigat. Frecventa de modulare modifica practic lungimea de difuzie a undei termice in mediile celulei de detectie. Cu cit frecventa este mai mare, cu atit lungimea de difuzie termica este mai mica, iar unda termica este mai repede atenuata. Frecventa de modulare a radiatiei incidente trebuie astfel aleasa incit unda termica sa strabata senzorul piroelectric si straturile urmatoare. Sint recomandate frecventele mici care permit o atenuare redusa a undei termice la strabaterea mediilor celulei de detectie. In experimentele FPPE-TWRC se vor folosi frecvente cuprinse inre 0.5Hz si 5Hz, iar in cazul scanului in frecventa se va folosi un interval de frecvente intre 0.1Hz si 50 Hz.

#### I.2.c. Intervalul de scanare a grosimii fluidului de cuplaj.

Daca se practica tehnica TWRC (scan in grosimea lichidului de cuplare) domeniul de scanare a grosimii lichidului trebuie sa permita acestui strat sa treaca din regim termic subtire in regim termic gros, la o frecventa de modulare a radiatiei incidente fixa. La frecventele de modulare mentionate anterior, domeniul de scanare in grosime este de 0.1mm-1.5mm.

# II. Cresterea performantelor calorimetriei PPE pentru investigarea efuzivitatii termice a nanofluidelor.

Am enumerat in paragraful anterior doua metode pentru masurarea efuzivitatii termice a unei probe lichide, una bazata pe scanul in frecventa de modulare a radiatiei incidente si una bazata pe tehnica TWRC. Dintre cele doua metode, a doua este cea mai performanta. De aceea vom descrie in ceea ce urmeaza echipamentul necesar efectuarii acestei proceduri.

# II.1. Linie de masura pentru investigarea efuzivitatii termice a nanofluidelor bazata pe scanarea grosimii probei (pas minim de scanare 30 nm). Achizitia si procesarea datelor.

Schema generala a liniei de masura utilizata este prezentata in Fig. II.1.



Fig II.1. Schema bloc a instalatiei de masura

### II.1. a. Sursa de radiatie si modulatia

Sursa de radiatie a fost un laser cu solid tip Opus 532 2.0W, avind o putere maxima de 2W si emitind la o lungime de unda de 532nm. Alte caracteristici: polarizare

orizontala, stabilitate (24h) 0.6%, Zgomot Rms 0.3%. Driverul este de tip mpc 6000. El permite, prin diverse metode, monitarizarea frecventei de modulare si a puterii laserului. In general utilizam o putere de 20-50 mW si frecvente de modulare cuprinse intre 0.1-10Hz.

### II.1.b. Celula de detectie

Celula de detectie este constituita dintr-o cutie metalica ecranata, care cuprinde ansamblul de detectie propriuzis (senzorul piroelectric, lichidul de cuplaj, separatorul si celula in care se afla lichidul de studiat) si un sistem de diafragmare si focalizare a radiatiei, aliniere, orientare si deplasare mecanica a partilor componente ale ansamblului de detectie. Majoritatea optomecanicii (oglinzi, lentile, diafragme, masute micrometrice -6 si 3 axe, etc) este de provenienta Thorlabs, o parte dintre componentele specifice fiind realizate in atelierul institutului.

O fotografie celulei de detectie este prezentata in Fig. II. 2.



Fig.II. 2. Celula de detectie in configuratia FPPE-TWRC

Componenta celulei de detectie este urmatoarea: 1. dispozitiv micrometric de aliniere ó 6 axe; 2. picomotor (pas minim 30nm); 3. ansamblu de detectie; 4. diafragma fascicul laser; 5. oglinda deflectoare; 6. masa rotativa; 7. dispozitiv micrometric de aliniere ó 3 axe

Deplasarea relativa a partilor componente se realizeaza cu un motor tip (9062M-XYZ-PPP Gothic-Arch-Bearing Picomotor) comandat din calculator prin intermediul unui sistem controler ó driver. Pasul motorului se poate programa de catre experimentator, pasul minim fiind de 30 nm. Pentru imbunatatirea controlului pasului de scanare se utilizeaza, cind este necesar si un õcontrol loop picomotorö tip 8751-CL.

Una dintre problemele esentiale ale masuratorilor a fost asigurarea paralelismului intre sensor si fereastra. Acest lucru a fost obtinut prin aliniere optica. realizindu-se o proiectie succesiva a spotului laser reflectat de senzor si de fereastra celulei ce acomodeaza lichidul de investigat, pe o suprafata indepartata.

O imagine õexplodataö a õ ansamblului de detectie este prezentat in Fig. II. 3.



Fig.II. 3. Ansamblul de detectie in configuratia FPPE-TWRC

In privinta fluidului de cuplaj au fost utilizate lichide cu proprietati termice cunoscute, in principal apa si etilenglicol. Separatorul a fost o fereastra de sticla cu o grosime cuprinsa intre  $170 \,\mu m$  si  $220 \,\mu m$ .

### II.1.c. Procesarea semnalului

Procesarea semnalului provenit de la senzorul piroelectric se face cu un nanovotlmetru cu detectie in faza (lock-in) tip SR 830. Lock-in-ul prezinta doua canale de afisaj, setate in cazul investigatiilor noastre pe amplitudine si faza. Tot lock-in-ul genereaza si semnalul ce moduleaza radiatia incidenta. Detectia in faza , utilizata in cadrul cercetarii de fata, prezinta avantajul unui raport semnal/zgomot bun (cuprins intre 100 si 1000) cu semnale tipce masurabile de ordinal picoamperilor si/sau a nanovoltilor. Pentru achizitia datelor masurate, lock-in-ul a fost cuplat la PC prin intermediul unei interfete seriale SR232.

### II.1.d. Achizitia si prelucrarea datelor experimentale

Achizitia datelor experimentale a fost realizata cu un program adaptat, realizat in limbaj LW. Programul monitorizeaza grosimea lichidului de cuplare cu pasul indicat de experimentator si extrage informatiile legate de grosimea relativa a fluidului de cuplare, amplitudinea si faza semnalului complex FPPE.

# II.2. Procedura de fit pentru analiza datelor experimentale. Experimente preliminare efectuate pe fluide cu proprietati cunoscute.

Pentru analiza rezulatelor experimentale, s-au ales ca materiale de studiu lichide cu proprietati cunoscute si stabile la temperatura camerei.

### II.2. a. Procedura FPPE, combinata cu scanul frecventei de modulare a radiatiei.

Desi mai putin performanta datorita procedeului de normalizare, aceasta metoda este folosita uneori cu succes pentru masurarea efuzivitatii termice a lichidelor. In cele ce urmeaza vom prezenta citeva rezultate obtinute cu aceasta metoda.

Fig. II.4 prezinta scanuri tipice in frecventa ale fazei semnalului FPPE. Pe graphic sint trecute si valorile obtinute pentru efuzivitatile termice ale unor lichide cu parametrii termici cunoscuti.



Fig. II.4. Scan in frecventa al fazei normalizate a semnalului FPPE pentru citeva probe lichide.

Se constata ca valorile obtinute pentru efuzivitatea termica a lichidelor investigate sint in buna concordanta cu datele din literatura. Dupa cum mentionam anterior, pricipala problema cu care se confrunta aceasta metoda este procedura de normalizare (masuratoare cu sensor gol) care trebuie efectuata in conditii absolute identice cu masuratoarea propriuzisa. O verificare a calitatii masuratorii este data de intersectia curbelor normalizate cu axa OX: intersectaia curbelor normalizate trebuie sa aiba loc, pentru un sensor piroelectric dat, la aceeasi frecventa, frecventa corelata direct cu difuzivitatea termica a senzorului piroelectric. Devierea curbelor spre frecvente mai mici sau mai mari indica erori in procedura de normalizare.

# II.2. b. Procedura FPPE (celula cu 4 straturi), combinata cu scanul grosimii fluidului de cuplare.

Aceasta metoda foloseste tehnica PPE in configuratie front, parametrul de scanare fiind grosimea fluidului de cuplaj. Pentru obtinerea unor informatii corecte sint impuse conditiile de senzor piroelectric opac si subtire termic, iar informatia se culege din domeniul in care fluidul de cuplaj este subtire termic.

Procedeul de masura consta in culegerea datelor experimentale in timpul comprimarii fluidului de cuplare (se pleaca de la o grosime de 0.7mm-1mm, cu pas de  $6\mu$ m-9 $\mu$ m) si apoi se determina efuzivitatea lichidului de investigat dintr-un fit al fazei semnalului FPPE cu efuzivitatea backingului si grosimea absoluta a fluidului de cuplare ca si parametrii de fit.

Controlul scanului in grosime, achizitia si prelucrarea datelor experimentale se face computerizat cu programe adecvate. Dau mai jos un exemplu de date de intrare pentru fitul realizat cu celula de detectie prevazuta cu senzor de LiTaO<sub>3</sub> de 100  $\mu$ m grosime (indice 1), separator de sticla de 220  $\mu$ m (indice 3) si fluid de cuplare apa (indice 2). Frecventa de modulare a radiatiei este de 1Hz. Necunoscuta este efuzivitatea fluidului aflat in pozitie de backing (indice 4). Parametrii de fit sint: grosimea absoluta a lichidului de cuplaj (pas 0.9  $\mu$ m) si efuzivitatea backingului (pas 20 Ws<sup>1/2</sup>m<sup>-2</sup>K<sup>-1</sup>).

100,	L1
3.92e3,	e1
1.56e-6,	alfa1
1600,	e2
14.6e-8,	alfa2
220,	L3
1.5e3,	e3
8.3e-7,	alfa3
0,	e4
1.0,	frecv
0,180,0.9,	Li, Lf, dL
300,1500, 20,	ei, ef, de

Aceasta tehnica prezinta citeva avantaje majore: (i) se poate mentine grosimea termica initiala (prevazuta) pentru toate straturile celulei de detectie; (ii) nu este nevoie de o masuratoare suplimentara pentru calibrare, calibrarea facundu-se cu valoarea semnalului in cazul fluidului de cuplare termic gros; (iii) nu este necesara cunoasterea exacta a grosimii fluidului de cuplare, ci doar pasul de scanare; (iv) tipul fluidului de cuplare se poate modifica dupa necesitati.

In Fig. II.5 si II.6 sint reprezentate evolutii ale fazei semnalului FPPE in functie de grosimea relativa a fluidului de cuplaj pentru celule de detectie continind diferite fluide de cuplaj si lichide de investigat.



Fig. II.5. Faza normalizata a semnalului complex FPPE in functie de grosimea fluidului de cuplaj pentru o celula continind apa ca fluid de cuplaj si diferite lichide (glicerina, etilen glicol, ulei mineral si siliconic) ca si backing-uri. Simbolurile pline reprezinta cel mai bun fit realizat cu Ec. (7).



Fig. II.6. Faza normalizata a semnalului complex FPPE in functie de grosimea fluidului de cuplaj pentru o celula continind etilen glicol ca fluid de cuplaj si diferite lichide (glicerina, etilen glicol, ulei mineral si siliconic) ca si backing-uri. Simbolurile pline reprezinta cel mai bun fit realizat cu Ec. (7).

In Tabelul 1 sint prezentati parametrii termici ai lichidelor investigate, in comparatie cu datele existente in literatura. Valorile pentru difuzivitatea termica au fost obtinute prin utilizarea tehnicii BPPE-TWRC (vezi raportul de faza anterior). Valorile pentru conductivitatea termica si caldura specifica volumica au fost obtinute prin calcul. Se constata o buna concordanta intre datele masurate si literatura de specialitate.

	thermal parameters					thermal parameters			
	e/	*10 <sup>8</sup> /	C*10 <sup>-4</sup> /	k/	lit.	e/	*10 <sup>8</sup> /	C*10 <sup>-4</sup> /	k/
liquid	Ws <sup>1/2</sup> m	$m^{2}s^{-1}$	$Jm^{-3}K^{-1}$	$Wm^{-1}K^{-1}$		Ws <sup>1/2</sup> m	$m^2 s^{-1}$	$Jm^{-3}K^{-1}$	$Wm^{-1}K^{-1}$
	$^{-2}K^{-1}$		(calc.)	(calc.)		$^{-2}K^{-1}$		(calc.)	
ethylene	840	9.60	271	0.26		814	9.38	266	0.2569;
glycol	±38	±0.45	±6	±0.02					0.249
silicon	495	7.40	182	0.14		506	7.01	191	0.1439;
oil	±37	±0.55	±7	±0.02					0.134
glycerine	970	8.40	335	0.28		920;	9.38; 9.9	301;	0.28;
	±37	±0.33	±6	±0.03		933		297	0.29
mineral	515	6.20	207	0.13		592	5.25; 5.60	258;	0.1307
oil	±38	±0.47	$\pm 8$	±0.01				250	0.14

Table 1. Parametrii termici ai lichidelor investigate, impreuna cu datele din literatura

In finalul acestui paragraf prezentam si doua rezultate obtinute pe nanofluide avind ca lichid purtator apa, iar ca nanoparticule  $SiO_2$  la doua concentratii diferite 3% si 10%.



Fig. II. 7. Faza normalizata a semnalului complex FPPE in functie de grosimea fluidului de cuplaj pentru o celula continind etilen glicol ca fluid de cuplaj si un nanofluid pe baza de apa cu nanoparticule de SiO2, concentratie 3%. Simbolurile pline reprezinta cel mai bun fit realizat cu Ec. (7).



Fig. II. 8. Faza normalizata a semnalului complex FPPE in functie de grosimea fluidului de cuplaj pentru o celula continind etilen glicol ca fluid de cuplaj si un nanofluid pe baza

de apa cu nanoparticule de SiO2, concentratie 10%. Simbolurile pline reprezinta cel mai bun fit realizat cu Ec. (7).

Se constata ca efuzivitatea nanofluidului are o valoare apropiata de cea a lichidului purtator (apa), valoarea sa crescind usor odata cu cresterea concentratiei de SiO<sub>2</sub>.

Un ultim aspect de analizat ar fi acuratetea acestui tip de masuratori. Aceasta acuratete depinde de tipul celor doua fluide aflate in celula de detectie: fluidul de investigat si fluidul de cuplaj. In Fig. II.9 este prezentata harta de contur a preciziei unei astfel de masuratori avind ca fluid de cuplaj apa si ca fluid de investigat glicerina. Forma curbelor de contur (aproape cercuri) indica o buna acuratete a masuratorii si, in acelasi timp o buna localizare a pozitiei backingului. Aceasta acuratete buna se datoreste faptului ca cele doua lichide au valori apropiate ale efuzivitatii termice.



Fig. II.9. Harta de contur a preciziei fitului efectuat cu Ec. (7) pe date experimentale obtinute cu o celula cu apa ca fluid de cuplaj si glicerina ca fluid de investigat. Axa X reprezinta termenul de corectie in masurarea valorii absolute a grosimii fluidului de cuplaj. Forma curbelor de contur indica o acuratete buna a masuratorii efuzivitatii si o buna localizare a backingului.

## II.2.c. Concluzii asupra procedeelor de crestere a performantelor calorimetriei PPE pentru investigarea efuzivitatii termice a nanofluidelor.

Dorim sa enumeram in finalul acestui paragraf in ce constau imbunatatirile aduse metodei clasice FPPE pentru cresterea performantelor in masurarea difizivitatii termice a lichidelor:

#### - abordarea teoretica:

- scanul in frecventa a fost inlocuit cu scanul in grosimea fluidului de cuplare (la frecventa de modulare a radiatiei constanta) ó tehnica TWRC. Aceasta abordare elimina erorile ce se faceau in determinarea exacta a grosimii fluidului de cuplare. In plus, pastrarea unei valori constante a frecventei de modulare a radiatiei permite pastrarea grosimii termice

dorite pentru toate straturile celulei de detectie, cu exceptia stratului a carui grosime se scaneaza, care poate trece, dupa dorinta, din regim subtire in gros termic si invers;

- informatia obtinuta (valoarea efuzivitatii termice) este colectata din faza semnalului PPE, acest fapt eliminind orice probleme de zgomot datorate fluctuatiilor intensitatii radiatiei incidente si prelucrarii suprafetei incidente care receptioneaza radiatia;

- nu este necesara cunoasterea valorilor absolute ale fazei semnalului PPE si grosimii fluidului de cuplare, ci doar pasul de scanare;

- tipul fluidului de cuplare se poate modifica dupa necesitati;

- pasul final in cresterea performantelor tehnicii FPPE-TWRC in determinarea difuzivitatii termice a lichidelor a fost utilizarea unui procedeu de fit, cu doi parametrii de fit, efuzivitatea termica a backingului si valoarea absoluta a grosimii fluidului de cuplaj;

- s-a constatat ca sensibilitatea metodei creste si acuratetea scade odata cu cresterea diferentei de efuzivitate termica dintre fluidul de cuplaj si cel de investigat ó din aceasta cauza se impune o alegere optima a tipului fluidului de cuplaj. In general nanofluidele magnetice, care constituie tinta finala a proiectului, au ca lichid purtator apa sau diferite uleiuri (de transformator, siliconic, etc), de aceea se recomanda ca fluide de cuplaj apa sau etilen glicolul.

- imbunatatiri experimentale:

- scanul in grosime a utilizat doua tipuri de picomotoare, ambele avind un pas minim de 30nm, iar unul dintre ele permitind si controlul riguros (loop control) al distantei scanate;

- achizitia datelor s-a facut cu un program LW care a permis ajustarea tuturor parametrilor experimentali de interes (frecventa de modulare a radiatiei, distanta scanata, pasul de scanare, constante de timp de achizitie, etc);

- au fost realizate programe speciale pentru conversia datelor masurate (faza semnalului PPE) in parametrii termici (efuzivitatea termica).

### III. Diseminarea rezultatelor.

### III. 1. Rezultate publicate in reviste cotate ISI.

Photothermal Calorimetric Techniques Applied to Condensed Matter Materials
 D. Dadarlat
 Proc SPIE, 8411, 84110T 1-10 (2012) DOI: 10.1117/12.933860

2. Photopyroelectric (PPE) Calorimetry of Composite Materials.

D. Dadarlat, M. N. Pop, O. Onija, M. Streza, M. M. Pop, S. Longuemart, M. Depriester, A. H. Sahraoui, V. Simon

J. Therm. Analysis Calor. 111, 1129-1132 (2013) DOI 10.1007/s10973-012-2270-1

3. Improved methods for measuring thermal parameters of liquid samples using photothermal infrared radiometry

M. Kuriakose, M. Depriester, D. Dadarlat and A. Hadj Sahraoui Meas. Sci. Technol. **24** 025603 (2013) Doi:10.1088/0957-0233/24/2/025603

4. Easily Usable Human-Device Interface for Microwave Therapy Apparatus V. Surducan, E. Surducan, C. Neamtu, N. Dadarlat, R. Ciupa Int. J. Practical Electronics, 1 (1) 01-07(2013)

5. Depth estimation of surface cracks on metallic components by means of lock-in thermography

M. Streza, D. Dadarlat, Y. Fedala, S. Longuemart Rev. Sci. Instrum.84 (7) 2013 DOI: 10.1063/1.4813744

6. Photopyroelectric Calorimetry of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Magnetic Nanofluids. Effect of Type of Surfactant and Magnetic Field

D. Dadarlat, S. Longuemart, R. Turcu, M. Streza, L. Vekas, A. Hadj Sahraoui Int. J. Thermophysics -2013-accepted

### **III. 2. Rezultate prezentate la conferinte internationale.**

A New Photothermal Calorimetry: the Photothermoelectric (PTE) Technique
 D. Dadarlat M. Streza, M. Kuriakose, M. Depriester, A. Hadj Sahraoui
 42th Winter School on Wave and Quantum Acoustics, Szczyrk, Poland, 25 Feb-01
 March, 2013

2. Photopyroelectric Calorimetry of Magnetic Nanofluids. Effect of Type of Surfactant and Magnetic Field.

D. Dadarlat S. Longuemart, R. Turcu, M. Streza, L. Vekas, A. Hadj Sahraoui 42th Winter School on Wave and Quantum Acoustics, Szczyrk, Poland, 25 Feb-01 March, 2013

3. Crack depth evaluation by infrared lock-in thermography

M. Streza, D. Dadarlat S. Longuemart

42th Winter School on Wave and Quantum Acoustics, Szczyrk, Poland, 25 Feb-01 March, 2013

4. Photothermoelectric (PTE) versus photopyroelectric (PPE) calorimetry for thermal characterization of solids

D. Dadarlat

Central and Eastern European Conference for Thermal Analysis and Calorimetry (CEEC-TAC2), Vilnius, Lithuania, 27 6 30 Aug. 2013.

5. Preparation and thermal characterization (by photopyroelectric calorimetry) of a new type of giomers. Comparison with comercially available materials.

L. Silaghi-Dumitrescu, D. Dadarlat, M. Streza, T. Buruiana, M. Moldovan, C. Prejmerean

Central and Eastern European Conference for Thermal Analysis and Calorimetry (CEEC-TAC2), Vilnius, Lithuania, 27 ó 30 Aug. 2013.

6. Synthesis and characterization of the hydroxyapatite and doped hydroxyapatite powders, as parts of the inorganic phase of an experimental endodontic sealer. D. Prodan, I. Kacso, D. Dadarlat....

Central and Eastern European Conference for Thermal Analysis and Calorimetry (CEEC-TAC2), Vilnius, Lithuania, 27 ó 30 Aug. 2013.

7. Alternative contact photothermal techniques for thermal inspection of solidsD. DadarlatPIM Cluj-Napoca, 2013

 8. Improving the mechanical properties of polyethylene orthopaedic implants by high frequency cold plasma activation
 C. M. Tudoran, D. Dadarlat
 PIM Cluj-Napoca, 2013

 Low cost temperature measurement on multilayer phantom heated by microwave power field
 V. Surducan, E. Surducan, D. Dadarlat
 PIM Cluj-Napoca, 2013

 Thermophysical analysis of II-VI semiconductors by PPE calorimetry and lock-in thermography
 K. Strzalkowski , D Dadarlat and M Streza
 PIM Cluj-Napoca, 2013

11. Complementary photothermal techniques for complete thermal inspection of solids D. Dadarlat, M. Streza, O. Onija, <u>K. Strzalkowski</u>, C. Prejmerean, D. Prodan, L. Silaghi-Dumitrescu, N. Cobirzan

Conference on Photoacoustic and Photothermal Theory and Applications (CPPTA), Varsovia, Polonia, 25-27 Sept. 2013.

12. Measurement of the thermal parameters of selected II-VI crystals by means of photopyroelectric methods and infrared lock-in thermography

K. Strza€owski, D. Dadarlat, M. Streza, A. Marasek

Conference on Photoacoustic and Photothermal Theory and Applications (CPPTA), Varsovia, Polonia, 25-27 Sept. 2013.

### III. 3. Actualizare pagina WEB.

Vezi: <u>http://www.itim-cj.ro/PNCDI/idei7/</u>

### IV. Mobilitati.

## IV.1. Stagii de lucru in laboratoare din strainatate cu preocupari in domeniu.

D. Dadarlat

- stagiu de lucru la laboratoarele MRIED, Universite du Littoral Dunkerque, Franta, in perioada 20-31 mai 2013.

### IV. 2. Participare la conferinte internationale

D. Dadarlat, M. Streza

- 42th Winter School on Wave and Quantum Acoustics, Szczyrk, Poland, 25 Feb-01 March, 2013;

- Procese Izotopice si Moleculare (PIM), Cluj-Napoca, 25-27 sept 2013.

### D. Dadarlat

- Central and Eastern European Conference for Thermal Analysis and Calorimetry (CEEC-TAC2), Vilnius, Lithuania, 27 ó 30 Aug. 2013.

### Participare cu lucrari (sustinute de K. Strzalkowski)

- Conference on Photoacoustic and Photothermal Theory and Applications (CPPTA), Varsovia, Polonia, 25-27 Sept. 2013.

Director proiect Dr. D. Dadarlat