

УДК 53.082

Анатичук Л.І., Лисько В.В.



Анатичук Л.І.

Інститут термоелектрики НАН і МОН України,
вул. Науки, 1, Чернівці, 58029, Україна



Лисько В.В.

**СПОСОБИ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКІСНИХ
ЕЛЕКТРИЧНИХ ТА ТЕПЛОВИХ
КОНТАКТІВ ПРИ ВИМІРЮВАННІ
ПАРАМЕТРІВ ТЕРМОЕЛЕКТРИЧНИХ
ПАРАМЕТРІВ**

Створено комп'ютерну модель, що дає можливість здійснювати дослідження похибок вимірювання електропровідності та теплопровідності при застосуванні притискних контактів для підведення струму і тепла до вимірювального зразка. Визначено похибки вимірювань для випадку точкових контактів. Встановлено, що похибки вимірювання теплопровідності та електропровідності можуть досягати 45%. Наведено результати досліджень способів зменшення цих похибок шляхом створення на торцевих поверхнях зразка металевих контактних покриттів. Встановлено, що за наявності на торцях зразка шарів нікелю та міді навіть за найнесприятливішого розташування одного точкового контакту похибка вимірювання електропровідності знаходиться в межах 1.5-1.8%. Визначено похибки при вимірюванні теплопровідності. Встановлено, що для контактної структури Ni-Cu-Ni з вольфрамовою антидифузійною пластиною ці похибки за найнесприятливішого розташування точкових контактів зменшаться до 7.4% у випадку однієї точки дотику на обох торцях зразка та до 1% – у випадку трьох точок дотику.

Ключові слова: вимірювання, похибки, електропровідність, теплопровідність.

A computer model is created that allows studying the errors in the measurement of electric conductivity and thermal conductivity when using pressure contacts for current and heat supply to the measured sample. The measurement errors for the case of point contacts are determined. It is established that the errors in the measurement of thermal conductivity and electric conductivity can reach 45%. The results of research on the methods of reducing these errors by creation of metal contact coatings on the sample end surfaces are presented. It is established that if nickel and copper layers are available on the sample end surfaces, even with the worst arrangement of one point contact, the error in the measurement of electric conductivity lies within 1.5-1.8%. The errors in the measurement of thermal conductivity are determined. It is established that for Ni-Cu-Ni contact structure with a tungsten anti-diffusion plate these errors with the worst arrangement of point contacts will be reduced to 7.4% in case of one contact point on both sample end surfaces and to 1% – in case of three contact points.

Key words: measurements, electroconductivity, thermal conductivity.

Вступ

Загальна характеристика проблеми. Одним з найнадійніших методів вимірювання температурних залежностей властивостей термоелектричних матеріалів є абсолютний метод [1,

2]. У роботах [3-6] детально розглянуто основні джерела похибок при застосуванні цього методу та можливості їх мінімізації. Досягнуто значень похибок: теплопровідності – до 2.4%, термоЕРС – до 0.8%, електропровідності – до 0.7%, термоелектричної добротності – до 4.7% [7].

При цьому одним з важливих завдань під час вимірювань є забезпечення надійного електричного та теплового контакту досліджуваного зразка з елементами конструкції вимірювальної установки. Це пов'язано з тим, що неякісні контакти можуть призводити до значних відхилень від одномірності в розподілах температури та електричного потенціалу у зразку і, відповідно, до похибок при вимірюваннях. Особливо важливе це питання під час вимірювань при високих температурах, коли застосування припоїв стає неможливим, а притискні контакти можуть бути навіть точковими.

Тому *мета цієї роботи* – визначення похибок вимірювання електропровідності та теплопровідності, що виникають при застосуванні притискних контактів внаслідок порушень одномірності розподілів температури та електричного потенціалу, а також розробка способів мінімізації цих похибок.

Фізична, математична та комп'ютерна моделі

У випадку застосування притискних контактів наявні спотворення електричного потенціалу та температури у приконтактних областях. Для зменшення цього впливу вимірювальні зонди та термомпари розміщуються за можливістю подалі від торців на бічній поверхні зразка. Це робить можливим позбавитись похибок у визначенні температури на зразку при визначенні термоЕРС зразка. Однак, при визначенні електропровідності та теплопровідності відхилення від одномірності розподілів тепла та електрики у зразку будуть спричиняти похибки і в такому випадку.

Вимірювання електропровідності

Розглядався зразок термоелектричного матеріалу у вигляді циліндра довжиною l та діаметром d (рис. 1). На бічній поверхні зразка зроблено отвори та встановлено циліндричні зонди. Вважалось, що електричний струм до зразка підводиться через точкові контакти на його торцевих поверхнях – контакти зразка з нагрівником та термостатом, які в абсолютному методі застосовуються для вимірювання теплопровідності та одночасно служать струмопідводами під час вимірюванні електропровідності. Розміщення точок підведення струму на торці зразка може бути довільним. Електропровідність зразка визначається за формулою

$$\sigma = \frac{l I}{S U}, \quad (1)$$

де U – спад напруги між вимірювальними зондами, S – площа поперечного перерізу зразка.

Неодномірність густини струму у зразку, викликана неідеальністю контактів, призводитиме до похибок у визначенні електропровідності, розрахованої за формулою (1).

Для визначення впливу розміщення контактів необхідно розрахувати розподіл електричного потенціалу у зразку, виходячи з рівняння

$$-\nabla(\sigma \nabla \varphi) = 0 \quad (2)$$

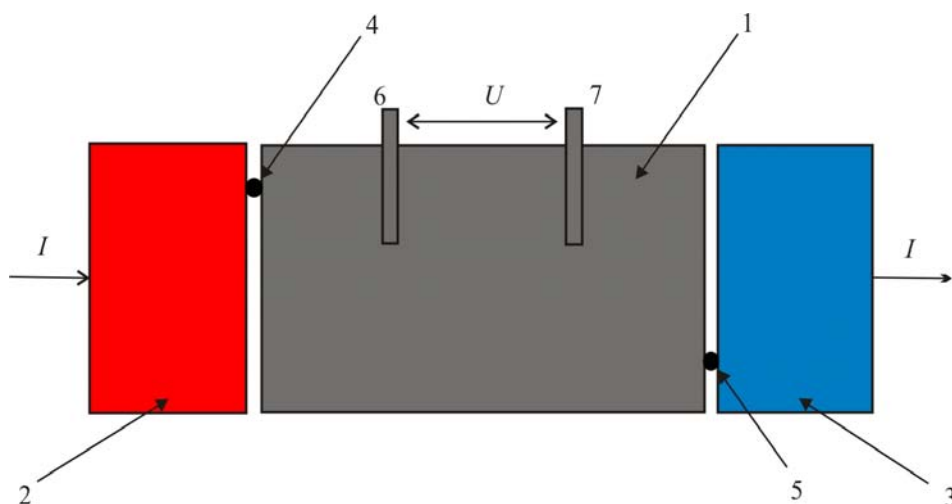


Рис. 1. Фізична модель для дослідження впливу контактів на точність вимірювання електропровідності термоелектричного матеріалу:

I – досліджуваний зразок, 2 – нагрівник, 3 – термостат, 4, 5 – точкові контакти для підведення струму до зразка, 6, 7 – вимірювальні зонди.

з наступними граничними умовами:

1) для поверхні торця зразка, вільної від контакту з струмопідводами, та бічної поверхні зразка

$$n(\sigma \nabla \varphi) = 0; \quad (3)$$

2) для точок підведення струму до зразка

$$n(\sigma \nabla \varphi) = I. \quad (4)$$

Похибка у визначенні електропровідності $\delta\sigma$ знаходиться за формулою

$$\delta\sigma = \left| 1 - \frac{U/I}{U_{id}/I_{id}} \right| \cdot 100\%, \quad (5)$$

де U, I – різниця потенціалів між зондами і струм через зразок згідно моделі; U_{id}, I_{id} – різниця потенціалів між зондами і струм через зразок в ідеальному випадку, коли густина струму однакова по всьому зразку.

Вимірювання теплопровідності

При вимірюванні теплопровідності аналіз ситуації дещо ускладнюється наявністю переносу тепла випромінюванням та теплопровідністю газу в області, де немає безпосереднього контакту зразка з нагрівником та термостатом (рис. 2).

Для знаходження розподілу температури необхідно розв'язати рівняння теплопровідності

$$\nabla(-\kappa \cdot \nabla T) = Q, \quad (6)$$

де κ – теплопровідність, Q – внутрішнє джерело тепла (рівне Q_h для об'єму нагрівника та нулю для об'єму зразка).

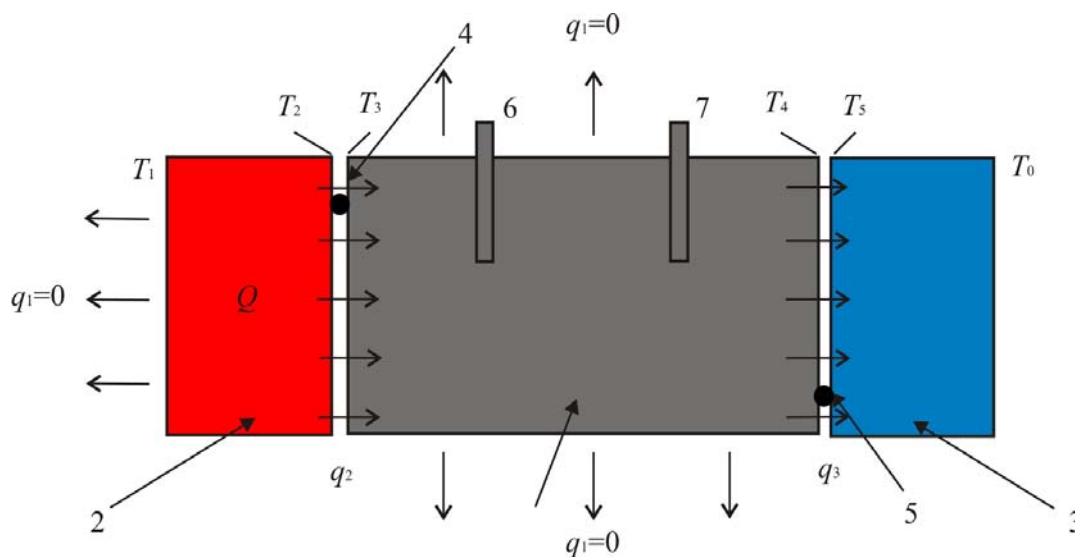


Рис. 2. Фізична модель для дослідження впливу контактів на точність вимірювання теплопровідності термоелектричного матеріалу:

1 – досліджуваний зразок, 2 – еталонний нагрівник, 3 – термостат, 4, 5 – області безпосереднього контакту зразка з нагрівником та термостатом, 6, 7 – вимірювальні зонди.

Граничні умови для такої задачі:

1) теплова ізоляція бічної поверхні зразка та еталонного нагрівника

$$q_1 = 0; \quad (7)$$

2) фіксована температура термостата

$$T = T_0; \quad (8)$$

3) передача тепла в зазорі між нагрівником та зразком через шар газу (ксенону) та випромінюванням

$$q_2 = -\varepsilon\sigma_B(T_2^4 - T_3^4) - \kappa_{Xe}\nabla T; \quad (9)$$

4) передача тепла в зазорі між зразком та термостатом через шар газу (ксенону) та випромінюванням

$$q_3 = -\varepsilon\sigma_B(T_4^4 - T_5^4) - \kappa_{Xe}\nabla T; \quad (10)$$

5) передача тепла від нагрівника до зразка та від зразка до термостата в області їх безпосереднього контакту

$$\begin{aligned} T_2 &= T_3, \quad \kappa_{heater}\nabla T = \kappa_{sample}\nabla T, \\ T_4 &= T_5, \quad \kappa_{sample}\nabla T = \kappa_{thermostat}\nabla T. \end{aligned} \quad (11)$$

Для розрахунків використано комп'ютерне моделювання за допомогою пакету Comsol Multiphysics.

Результати комп'ютерного моделювання похибок при вимірюванні електропровідності

Було розглянуто наступні варіанти місць точкового контакту зразка з струмопідводами: 1-1, 1-2, 1-3, 2-2, 2-3, 3-3, 4-4, 4-2, 4-5 (рис. 3) для випадку, коли $l = 9$ мм, $d = 6$ мм, відстань між зондами $a = 5$ мм.

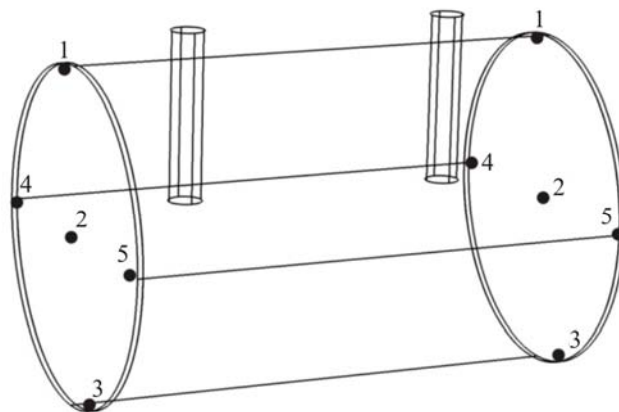


Рис. 3. Розміщення точкових контактів для підведення струму на торцях зразка.

Як показало комп'ютерне моделювання, похибки при вимірюванні електропровідності у такому випадку можуть досягати 45%. Для вирівнювання густини струму у зразку, а, отже, і зменшення цих похибок, на поверхні торців можна нанести тонкий металевий шар, наприклад, нікелевий.

Залежності відносної похибки вимірювання електропровідності від товщини нікелевого покриття h для вказаних напрямків пропускання струму показано на рис. 4, 5.

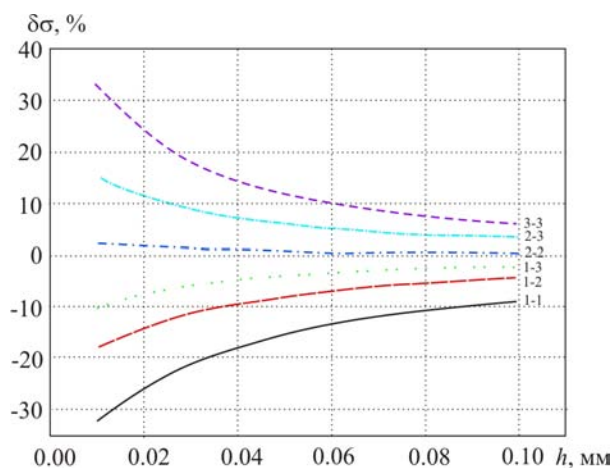


Рис. 4. Залежності відносної похибки вимірювання електропровідності від товщини нікелевого покриття для різних напрямків пропускання струму (1-1, 1-2, 1-3, 2-2, 2-3, 3-3).

Для кращого вирівнювання електричного потенціалу на торці зразка можна нанести також додатково шар міді. Залежності похибки вимірювання електропровідності від товщини мідного покриття для різних напрямків пропускання струму показано на рис. 6.

Для кращого вирівнювання електричного потенціалу на торці зразка можна нанести також додатково шар міді. Залежності похибки вимірювання електропровідності від товщини мідного покриття для різних напрямків пропускання струму показано на рис. 6.

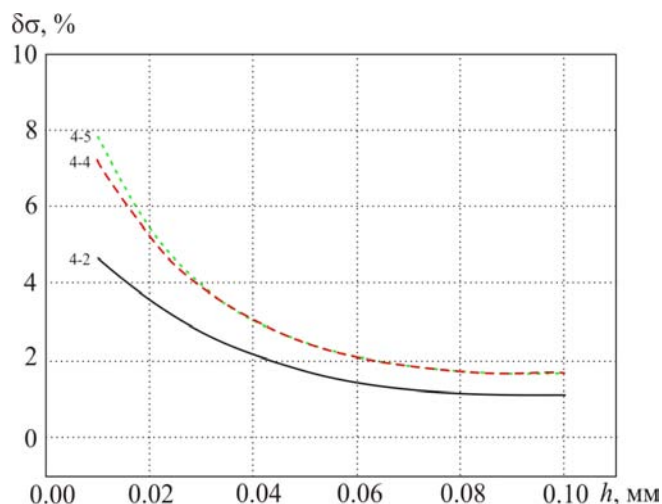


Рис. 5. Залежності відносної похибки вимірювання електропровідності від товщини нікелевого покриття для різних напрямків пропускання струму (4-4, 4-2, 4-5).

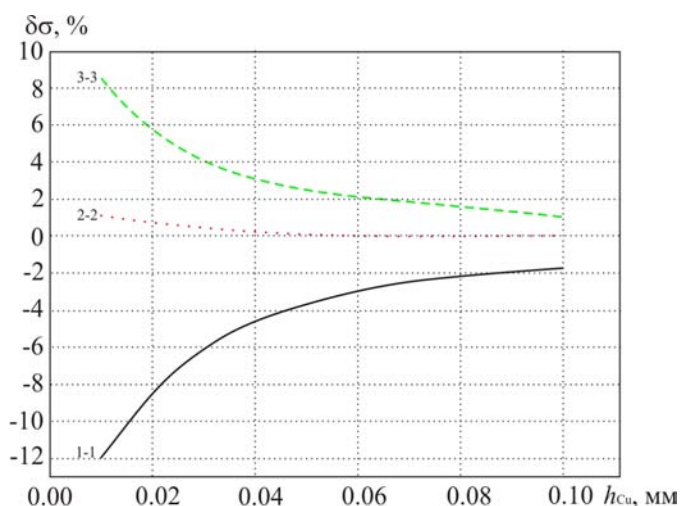


Рис. 6. Залежності похибки вимірювання електропровідності від товщини мідного покриття для різних напрямків пропускання струму (товщина нікелю – 10 мкм).

Як видно, навіть за найнесприятливішого розташування одного точкового контакту похибка вимірювання електропровідності знаходиться в межах 1.5-1.8% (за наявності на торцях зразка шару нікелю товщиною 10 мкм та міді – 100 мкм).

Результати комп'ютерного моделювання похибок при вимірюванні теплопровідності

Для розглянутого випадку контактного покриття з нікелю та міді на рис. 7 показано залежності похибок при вимірюваннях теплопровідності від товщини тепловирівнюючого шару міді. Вважається, що безпосередній контакт зразка і теплообмінних поверхонь здійснюється в області діаметром d_{cont} (для показаного на рисунку випадку 0.1 мм) і може довільно розташовуватись на поверхні торця.

Залежність похибки від діаметра контакту показано на рис. 8. В розглянутому випадку товщина нікелевого покриття – 10 мкм, мідного – 100 мкм.

Через наявність переносу тепла випромінюванням в зазорі між зразком та теплообмінними поверхнями величина похибки вимірювання залежатиме від температури. Цю залежність для різних

варіантів розташування точкового контакту та товщини мідного контактного покриття показано на рис. 9. Як видно, з ростом температури похибки зменшуватимуться.

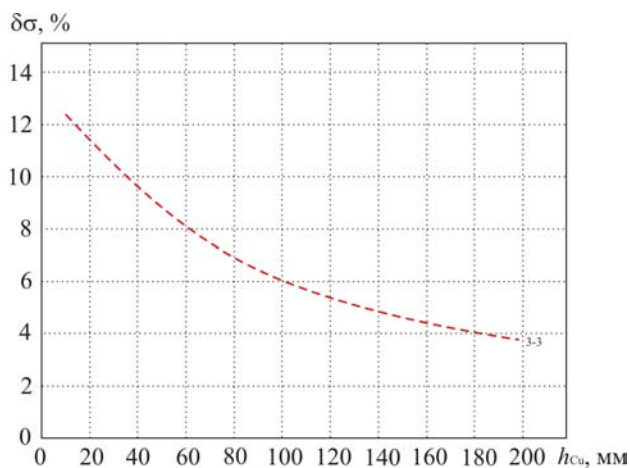


Рис. 7. Залежності похибки вимірювання теплопровідності від товщини мідного покриття (товщина нікелю – 10 мкм).

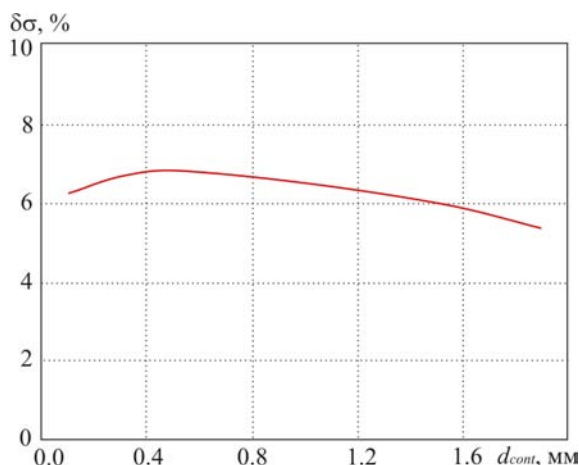


Рис. 8. Залежності похибки вимірювання теплопровідності від діаметра області безпосереднього контакту зразка з теплообмінними поверхнями.

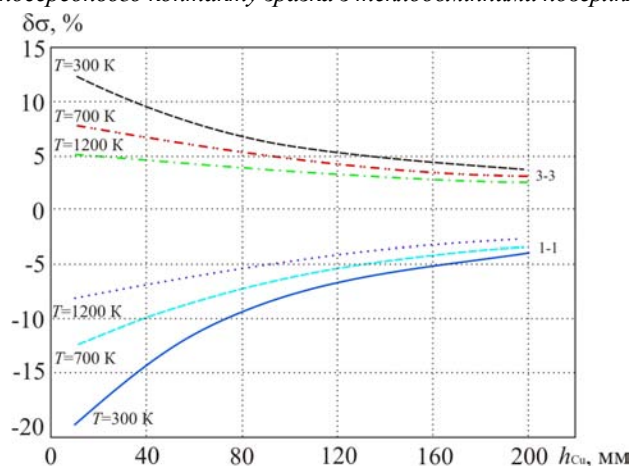


Рис. 9. Залежності похибки вимірювання теплопровідності від товщини мідного покриття для різних варіантів розташування точкового контакту між зразком і теплообмінними поверхнями та різних температур.

Ще одним важливим питанням у забезпеченні якісних контактів є стійкість цих контактів до підвищених температур. Як показали експериментальні дослідження, за температур до 900°C може відбуватись дифузія і злипання поверхонь нагрівника та термостата з металевим покриттям зразка. Це робить неможливим демонтаж зразка після вимірювань. Для запобігання цьому на обох сторонах зразка можна розмістити тонкі антидифузійні пластини.

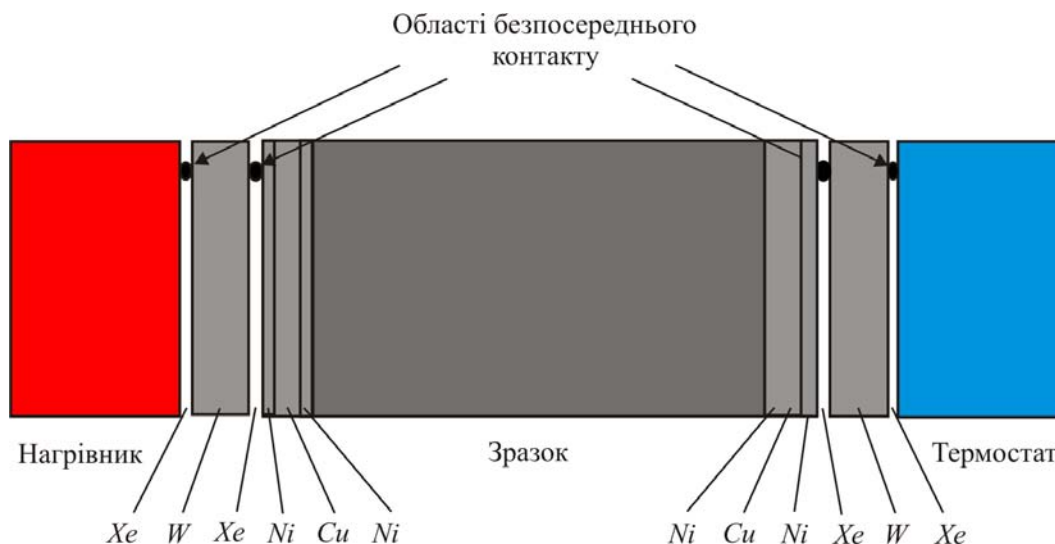


Рис. 10. Схематичне зображення контактної структури.

Тому розглянуто також випадок контактної структури, наведеної на рис. 10. Вона являє собою нанесені на торці зразка покриття з нікелю (10 мкм), міді (100 мкм) та знову нікелю (10 мкм). Зразок з таким покриттям притискається до нагрівника і термостата через пластини з вольфраму (товщиною 200 мкм) таким чином, що безпосередній контакт зразка з пластиною і пластини з теплообмінником здійснюється у симетричних точках. Результати моделювання для різного розташування таких контактів вздовж радіуса зразка r показано на рис. 11.

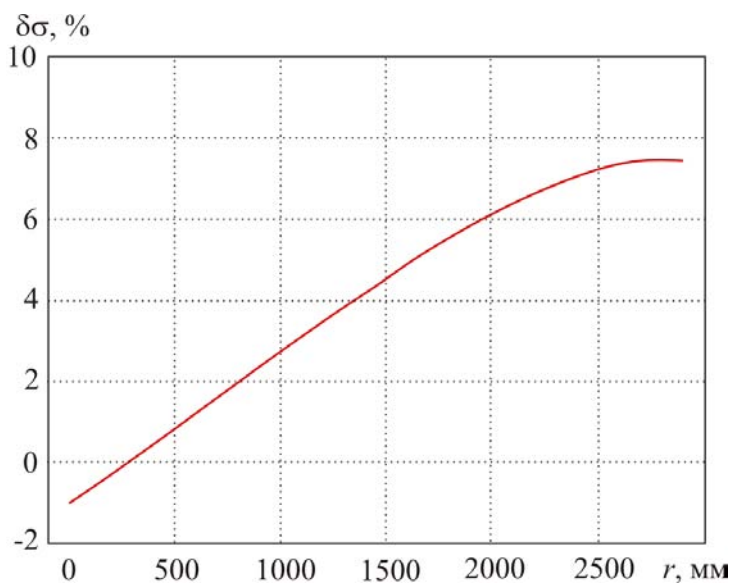


Рис. 11. Залежність похибок вимірювання теплопровідності від місця розташування точкових контактів на торцях зразка.

Таким чином, при найгіршому розташуванні контактів (по одному на торці) похибка при вимірюванні теплопровідності становитиме близько 7.4%.

На практиці слід розраховувати на наявність щонайменше трьох точок дотику поверхонь торців зразка з нагрівником та термостатом. Було проведено комп'ютерні дослідження такого випадку, які показали значне зниження похибок – навіть за найнесприятливішого розташування трьох точок дотику на поверхні зразка похибки у вимірюванні теплопровідності не перевищуватимуть 1%. Похибки при вимірюванні електропровідності при цьому зменшаться до ~ 0.5%.

Висновки

1. Визначено похибки вимірювань електропровідності та теплопровідності для випадку точкових електричних і теплових контактів між зразком і струмо- та теплопідводами. Встановлено, що ці похибки за несприятливого розташування точок дотику досягатимуть близько 45%.
2. Розроблено способи зменшення цих похибок шляхом створення на торцевих поверхнях зразка металевих контактних покриттів на основі нікелю та міді. Встановлено, що для типових розмірів досліджуваного зразка за наявності на торцях зразка шарів нікелю товщиною до 10 мкм та міді товщиною до 100 мкм навіть за найнесприятливішого розташування одного точкового контакту похибка вимірювання електропровідності становитиме до 1.8%, теплопровідності – до 7.8%. За наявності трьох точок дотику ці похибки зменшаться до рівня 0.5 та 1% відповідно.
3. Розглянуто випадок застосування вольфрамової антидифузійної пластини для запобігання з'єднанню зразка з поверхнями струмо- та теплопідводів за підвищених температур. Встановлено, що така пластинка практично не впливатиме на похибки вимірювань.

Література

1. Moore J.P., Williams R.K., Graves R.S. Precision measurement of the thermal conductivity, electrical resistivity, and Seebeck coefficient from 80 to 400 K and their application to pure molybdenum. // Rev. Sci. Instrum. – 1974. – 45. – №1. P 87-95.
2. Anatyshuk L.I., Pervozvansky S.V., Razinkov V.V. Precise measurement of cooling thermoelectric material parameters: methods, arrangements and procedures. / Proc. of the 12th Intern. conf. thermoelectrics. Japan, 1993. – P. 553-564.
3. Анатичук Л.І. Установка для вимірювання властивостей напівпровідникового термоелектричного матеріалу / Л.І. Анатичук, М.В. Гаврилюк, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2010. – №3. – С. 41-49.
4. Патент України № 71614. МПК (2012.01) G01R 27/00. Пристрій для визначення електропровідності, теплопровідності та термоЕРС термо-електричних матеріалів/ Анатичук Л.І., Лисько В.В. Заявка № u 2011 13846 від 24.11.2011. Опубл. 25.07.2012, Бюл №14.
5. Анатичук Л.І. Дослідження впливу випромінювання на точність вимірювання теплопровідності абсолютним методом / Л.І. Анатичук, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2012. – №1. – С. 67-76.
6. Измерение термоэлектрических свойств материалов при высоких температурах / Л.И. Анатичук, Н.В. Гаврилюк, В.В. Лысько [и др.] Термоэлектричество. – 2013. – №6. – С. 72-77.
7. Anatyshuk L.I., Lysko V.V. On improvement of the accuracy and speed in the process of measuring characteristics of thermoelectric materials. / Proc. of the 11th European conf. on thermoelectrics. Netherlands, 2013, P. 64.

Надійшла до редакції 03.10.2014