

УДК 53.082



Анатычук Л.И.

Анатычук Л.И., Лысько В.В.

Институт термоэлектричества НАН
и МОН Украины, ул. Науки, 1,
Черновцы, 58029, Украина



Лысько В.В.

**СПОСОБЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ
КАЧЕСТВЕННЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ
И ТЕПЛОВЫХ КОНТАКТОВ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ
ПАРАМЕТРОВ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

Создана компьютерная модель, позволяющая исследовать погрешности измерения электро- и теплопроводности при применении прижимных контактов для подведения тока и тепла к измеряемому образцу. Определены погрешности измерений для случая точечных контактов. Установлено, что погрешности измерения теплопроводности и электропроводности могут достигать 45%. Приведены результаты исследований способов уменьшения этих погрешностей путем нанесения на торцевые поверхности образца металлических контактных покрытий. Установлено, что при наличии на торцах образца слоев никеля и меди даже при наиболее неблагоприятном расположении одного точечного контакта погрешность измерения электропроводности находится в пределах 1.5 – 1.8%. Определены погрешности измерения теплопроводности. Установлено, что для контактной структуры Ni-Cu-Ni с вольфрамовой антидиффузионной пластиной эти погрешности при самом неблагоприятном расположении точечных контактов уменьшаются до 7.4% в случае одной точки соприкосновения на обоих торцах образца и до 1% – в случае трех таких точек.

Ключевые слова: измерения, погрешности, электропроводность, теплопроводность

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.

Ключевые слова: measurements, errors, electroconductivity, thermal conductivity

Введение

Общая характеристика проблемы. Одним из наиболее надежных методов измерения температурных зависимостей свойств термоэлектрических материалов является абсолютный метод [1, 2]. В работах [3-6] детально рассмотрены основные источники погрешностей при применении этого метода и возможности их минимизации. Достигнутые значения погрешностей: теплопроводности – до 2.4%, термоЭДС – до 0.8%, электропроводности – до 0.7%, термоэлектрической добротности – до 4.7% [7].

При этом, одной из важных задач при измерениях является обеспечение надежного электрического и теплового контакта исследуемого образца с элементами конструкции измерительной установки. Это связано с тем, что некачественные контакты могут приводить к значительным отклонениям от одномерности в распределениях температуры и электрического потенциала в образце и, соответственно, к погрешностям при измерениях. Указанное обстоятельство важно при измерениях в условиях высоких температур, когда применение припоев становится невозможным, а прижимные контакты могут быть даже точечными.

Целью данной работы является определение погрешностей измерения электро- и теплопроводности, которые возникают при применении прижимных контактов вследствие нарушений одномерности распределений температуры и электрического потенциала, а также разработка способов минимизации этих погрешностей.

1. Физическая, математическая и компьютерная модели

В случае применения прижимных контактов наблюдаются искажения электрического потенциала и температуры в приконтактных областях. Для уменьшения этого явления измерительные зонды и термопары размещаются по возможности подальше от торцов на боковой поверхности образца. Это позволяет устранить погрешности в определении температуры на образце при измерении его термоЭДС. Однако, и в этом случае отклонения от одномерности распределений тепла и электричества в образце будут вызывать погрешностями измерения электро- и теплопроводности.

1.1. Измерение электропроводности

Рассматривается образец термоэлектрического материала в виде цилиндра длиной l и диаметром d (рис. 1). На боковой поверхности образца имеются отверстия, в которые установлены цилиндрические зонды. Считается, что электрический ток к образцу подается через точечные контакты на его торцах – контакты образца с нагревателем и термостатом, которые в абсолютном методе применяются для измерения теплопроводности и одновременно служат токоподводами при измерении электропроводности. Размещение точек подведения тока на торце образца может быть произвольным. Электропроводность образца определяется по формуле

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

где U – падение напряжения между измерительными зондами, I – сила тока, S – площадь поперечного сечения образца.

Неоднородность плотности тока в образце, вызванная неидеальностью контактов, будет приводить к погрешностям в определении электропроводности, рассчитанной по формуле (1).

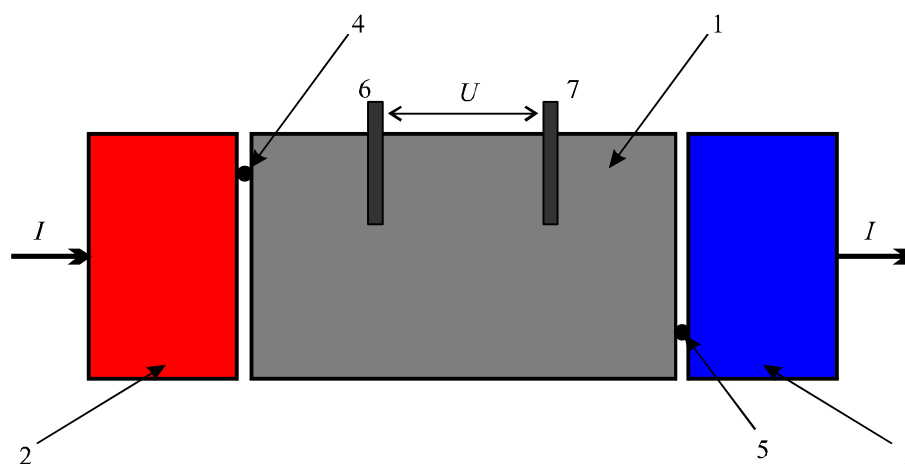


Рис. 1. Физическая модель для исследования влияния контактов на точность измерения электропроводности термоэлектрического материала
1 – исследуемый образец; 2 – нагреватель; 3 – термостат; 4, 5 – точечные контакты для подведения тока к образцу; 6, 7 – измерительные зонды.

Для определения влияния размещения контактов следует рассчитать распределение электрического потенциала в образце, исходя из уравнения

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

со следующими граничными условиями:

1) для поверхности торца образца, свободной от контакта с токоподводами, и боковой поверхности образца

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

2) для точек подведения тока к образцу

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

Погрешность определения электропроводности $\delta\sigma$ находится по формуле

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

где U_{id} , I_{id} – разность потенциалов между зондами и ток через образец в идеальном случае, когда плотность тока одинакова по всему образцу.

1.2. Измерение теплопроводности

При измерении теплопроводности анализ ситуации несколько усложняется наличием передачи тепла излучением и теплопереносом газа в области, где нет непосредственного контакта образца с нагревателем и термостатом (рис. 2).

Для определения закономерности распределения температуры следует решить уравнение теплопроводности

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

где κ – коэффициент теплопроводности, Q – интенсивность внутреннего источника тепла (равная Q_h для объема нагревателя и нулю для объема образца).

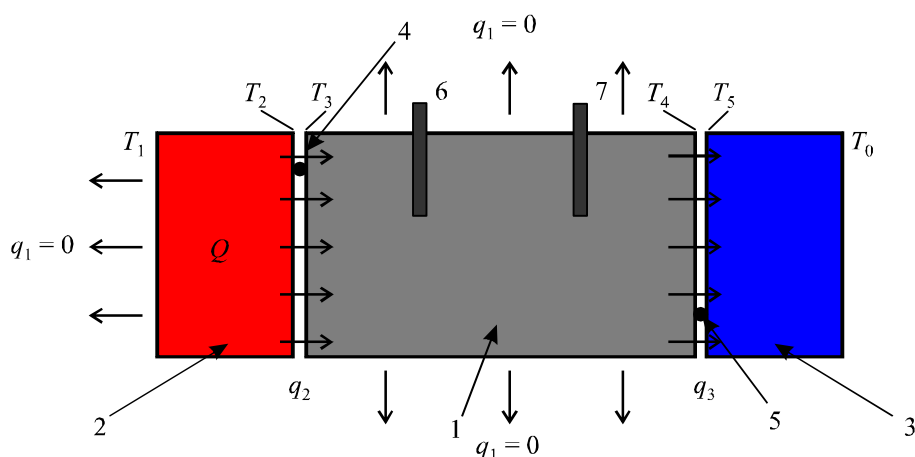


Рис. 2. Физическая модель для исследования влияния контактов на точность измерения теплопроводности термоэлектрического материала
1 – исследуемый образец; 2 – эталонный нагреватель; 3 – термостат; 4, 5 – области непосредственного контакта образца с нагревателем и термостатом; 6, 7 – измерительные зонды.

Граничные условия для такой задачи:

- 1) тепловой поток с боковой поверхности образца и эталонного нагревателя

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

- 2) фиксированная температура термостата

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

- 3) передача тепла в зазоре между нагревателем и образцом через слой газа (ксенона) и излучением

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

- 4) передача тепла в зазоре между образцом и термостатом через слой газа (ксенона) и излучением

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

- 5) передача тепла от нагревателя к образцу и от образца к термостату в области их непосредственного контакта

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

Для расчетов использовано компьютерное моделирование с помощью пакета Comsol Multyphysics.

2. Результаты компьютерного моделирования погрешностей при измерении электропроводности

Были рассмотрены следующие варианты мест точечного контакта образца с токоподводами: 1-1, 1-2, 1-3, 2-2, 2-3, 3-3, 4-4, 4-2, 4-5 (рис. 3) для случая, когда $l = 9$ мм, $d = 6$ мм, расстояние между зондами $a = 5$ мм.

Как показали результаты компьютерного моделирования, погрешности при измерении электропроводности в таком случае могут достигать 45%. Для выравнивания плотности тока в образце, а, следовательно, и уменьшения этих погрешностей, на поверхности торцов можно нанести тонкий металлический слой, например, никелевый.

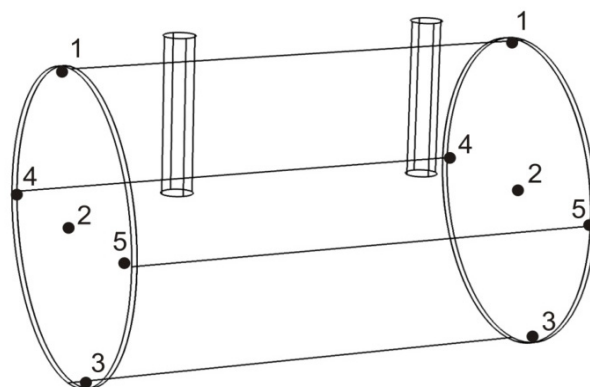


Рис. 3. Схема размещения точечных контактов для подведения тока на торцах образца.

Зависимости относительной погрешности измерения электропроводности от толщины никелевого покрытия h для указанных направлений пропускания тока показаны на рис. 4, 5.

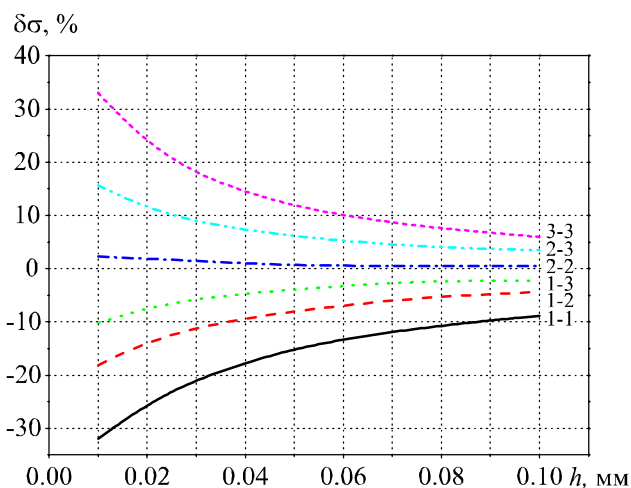


Рис. 4. Зависимости относительной погрешности измерения электропроводности от толщины никелевого покрытия для различных направлений пропускания тока.

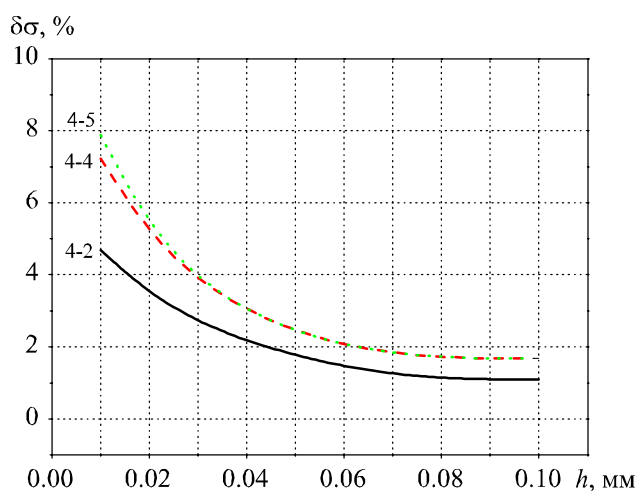


Рис. 5. Зависимости относительной погрешности измерения электропроводности от толщины никелевого покрытия для различных направлений пропускания тока.

Для улучшения выравнивания электрического потенциала на торце образца можно нанести также дополнительно слой меди. Зависимости погрешности измерения электропроводности от толщины медного покрытия для различных направлений пропускания тока показаны на рис. 6.

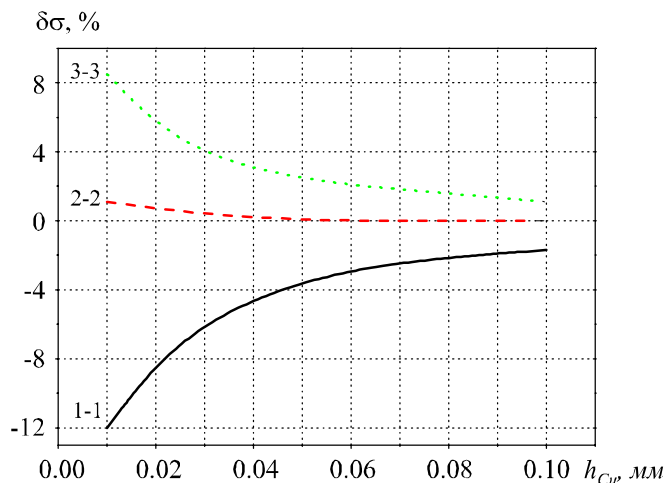


Рис. 6. Зависимости погрешности измерения электропроводности от толщины медного покрытия для различных направлений пропускания тока (толщина никеля – 10 мкм)

По всей видимости, даже при самом неблагоприятном расположении одного точечного контакта погрешность измерения электропроводности находится в пределах 1.5 – 1.8% (при наличии на торцах образца слоя никеля толщиной 10 мкм и меди – 100 мкм).

3. Результаты компьютерного моделирования погрешностей при измерении теплопроводности

Для рассмотренного случая контактного покрытия из никеля и меди на рис. 7 показана зависимость погрешностей при измерениях теплопроводности от толщины тепловыравнивающего слоя меди. Предполагается, что непосредственный контакт образца и теплообменных поверхностей осуществляется в области диаметром d_{cont} (для показанного на рисунке случая 0.1 мм) и может произвольно располагаться на поверхностях торцов.

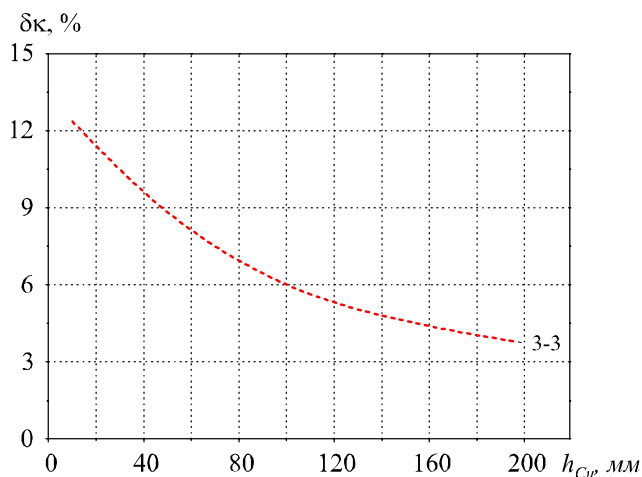


Рис. 7. Зависимость погрешности измерения теплопроводности от толщины медного покрытия (толщина никеля – 10 мкм)

Зависимость погрешности от диаметра контакта показана на рис. 8. В рассмотренном случае толщина никелевого покрытия – 10 мкм, медного – 100 мкм.

Из-за наличия переноса тепла излучением в зазоре между образцом и теплообменными поверхностями величина погрешности измерения будет зависеть от температуры. Эта зависимость для различных вариантов расположения точечного контакта и толщины медного контактного покрытия показана на рис. 9. По всей видимости, с ростом температуры погрешности будут уменьшаться.

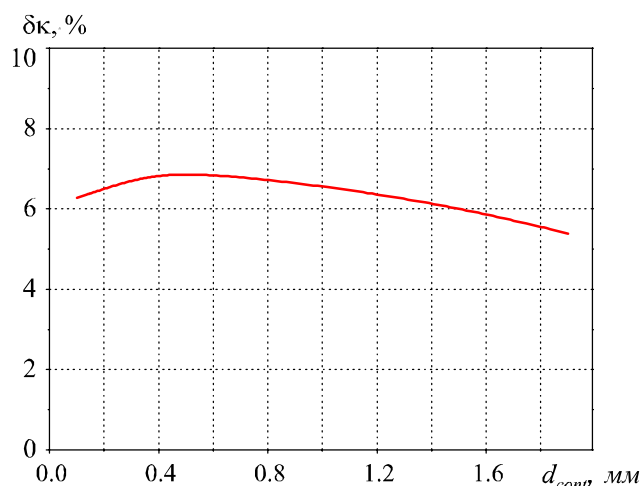


Рис. 8. Зависимости погрешности измерения теплопроводности от диаметра области непосредственного контакта образца с теплообменными поверхностями.

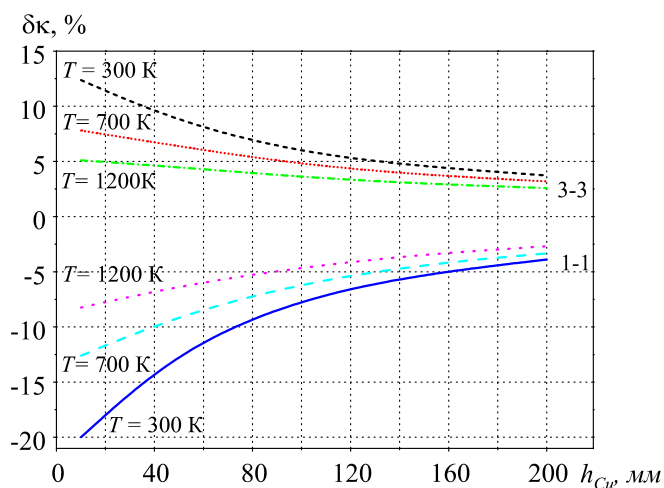


Рис. 9. Зависимости погрешности измерения теплопроводности от толщины медного покрытия для различных вариантов расположения точечного контакта между образцом и теплообменными поверхностями и различных температур.

Еще одним важным вопросом при обеспечении качественных контактов является устойчивость этих контактов при повышенных температурах. Как показали экспериментальные исследования, при температурах до 900 °С может происходить диффузия и слипание поверхностей нагревателя и термостата с металлическим покрытием образца. Это приводит к невозможности демонтажа образца после измерений. Для предотвращения этого на обеих сторонах образца можно разместить тонкие антидиффузионные пластины.

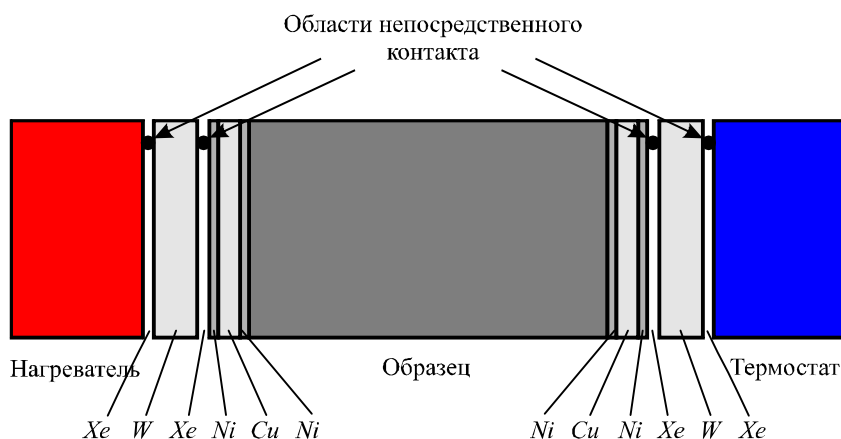


Рис. 10. Схематическое изображение контактной структуры.

Поэтому рассмотрен также случай контактной структуры, приведенной на рис. 10. Она представляет собой нанесенные на торцы образца покрытия из никеля (10 мкм), меди (100 мкм) и снова никеля (10 мкм). Образец с таким покрытием прижимается к нагревателю и термостату через пластины из вольфрама (толщиной 200 мкм) таким образом, что непосредственный контакт образца с пластиной и пластины с теплообменником осуществляется в симметричных точках. Результаты моделирования для различного расположения таких контактов вдоль радиуса r образца показан на рис. 11.

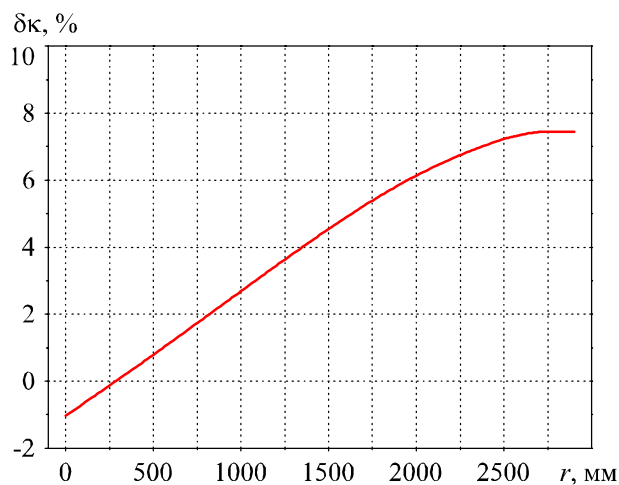


Рис. 11. Зависимость погрешностей измерения теплопроводности от местоположения точечных контактов на торцах образца.

Таким образом, при самом плохом расположении контактов (по одному на торце) погрешность при измерении теплопроводности будет составлять около 7.4%.

На практике следует рассчитывать на наличие, по меньшей мере, трех точек соприкосновения поверхностей торцов образца с нагревателем и термостатом. Были проведены компьютерные исследования такого случая, показавшие значительное снижение погрешностей – даже при самом неблагоприятном расположении трех точек соприкосновения на поверхности образца погрешности в измерении теплопроводности не будут превышать 1%. Погрешности при измерении электропроводности при этом уменьшатся до ~0.5%.

Выводы

1. Определены погрешности измерений электропроводности и теплопроводности для случая точечных электрических и тепловых контактов между образцом и токо- и теплоподводами. Установлено, что эти погрешности при неблагоприятном расположении точек соприкосновения могут достигать почти 45%.
2. Разработаны способы уменьшения этих погрешностей путем создания на торцевых поверхностях образца металлических контактных покрытий на основе никеля и меди. Установлено, что для типичных размеров исследуемого образца при наличии на торцах образца слоев никеля толщиной до 10 мкм и меди толщиной до 100 мкм даже при наиболее неблагоприятном расположении одного точечного контакта погрешность измерения электропроводности будет составлять до 1.8%, теплопроводности – до 7.8%. При наличии трех точек соприкосновения эти погрешности уменьшатся до уровня 0.5% и 1% соответственно.
3. Рассмотрен случай применения вольфрамовой антидиффузионной пластины для предотвращения соединения образца с поверхностями токо- и теплоподводов при повышенных температурах. Установлено, что такая пластина практически не будет влиять на погрешности измерений.

Литература

1. J.P. Moore, R.K. Williams, R.S. Graves. 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, 87-95.
2. Anatyчук 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.p. 553-564.
3. Анатычук Л.И., Гаврилюк Н.В., Лысько В.В. Установка для измерения свойств термоэлектрического материала // Термоэлектричество. – 2010, – №3. – С. 43-51.
4. Патент Украины № 71614. МПК (2012.01) G01R 27/00. Прибор для определения электропроводности, теплопроводности и термоЭДС термоэлектрических материалов / Анатычук Л.И., Лысько В.В. Заявка № u 2011 13846 от 24.11.2011. Опубл. 25.07.2012, Бюл №14.
5. Анатычук Л.И., Лысько В.В. Исследование влияния излучения на точность измерения теплопроводности абсолютным методом // Термоэлектричество. – 2012, – №1. – С. 67-76.
6. Анатычук Л.И., Гаврилюк Н.В., Лысько В.В., Сенюк Ю.И. Измерение термоэлектрических свойств материалов при высоких температурах // Термоэлектричество. – 2013, – №6. – С. 72-77.
7. Anatyчук 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.

Поступила в редакцию 03.10.14.