

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»

М.В. Дорохин
А.В. Здоровейцев
Ю.М. Кузнецов

**Измерение коэффициента теплопроводности методом
стационарного теплового потока**

Практикум

Рекомендовано методической комиссией
Физического факультета для студентов ННГУ,
обучающихся по направлению подготовки 03.04.02 «Физика»

Нижний Новгород

2019

УДК 53.082.64

ББК 22.379

Д-29

Д-29 Измерение коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока. Составители: Дорохин М.В., Здоровейщев А.В., Кузнецов Ю.М. Практикум. – Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2019. – 45 с.

Пособие посвящено описанию методики измерения теплопроводности диэлектрических, металлических и полупроводниковых пластин методом стационарного теплового потока. Практикум предназначен для студентов физического факультета ННГУ в качестве пособия при подготовке по курсу «Функциональные материалы».

Рецензент: доцент кафедры физики полупроводников, электроники и наноэлектроники физического факультета ННГУ им. Н.И. Лобачевского, Кудрин А.В.

Ответственный за выпуск:

председатель методической комиссии физического факультета ННГУ,
к. ф.-м. н., доцент Перов А.А.

УДК 53.082.64

ББК 22.379

**© Национальный исследовательский Нижегородский
государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 2019**

Содержание

1. Теплопроводность твёрдых тел.....	4
2. Метод стационарного теплового потока	9
2.1. Общее описание метода.....	9
2.2. Математическое обоснование метода.	9
2.3. Пределы применимости метода	14
2.4. Точность метода	16
2.5. Пределы применимости метода	19
2.6. Сравнительный анализ методов измерения коэффициента теплопроводности	20
3. Схема установки и методика измерений.....	22
3.1. Принципиальная схема установки	22
3.2. Требования к образцу.....	24
3.3. Требования к эталонам.....	24
3.4. Подготовка к измерениям	24
3.5. Калибровка термопар.....	25
3.6. Проведение измерений	27
3.7. Математическая обработка результатов эксперимента	29
Вопросы для самоконтроля.....	31
Задания	32
Требования к отчёту.....	32
Литература	33
Приложение 1	36
Приложение 2	38
Приложение 3	43

1. Теплопроводность твёрдых тел

Теплопроводность – процесс переноса тепловой энергии от более нагретых частей тела к менее нагретым, осуществляемый хаотически движущимися частицами тела (атомами, молекулами, электронами) или колебаниями кристаллической решётки. Это важнейший физический процесс: характер его протекания определяет теплофизические свойства материала.

Движущей силой процесса теплопроводности является градиент температур между различными областями тела. Рассмотрим материал, имеющий форму параллелепипеда (рис. 1) с длиной d .

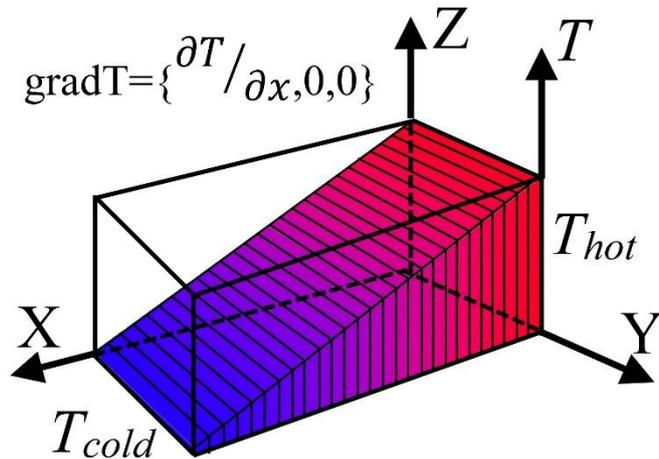


Рис. 1. Распределение температуры в образце, имеющем форму параллелепипеда, при создании градиента температур вдоль одной координаты. (Доказательство линейного распространения теплового потока в подобной системе будет рассмотрено позже)

Предположим, плоскость $x=0$ материала имеет температуру T_{hot} , а плоскость $x=d$ – температуру T_{cold} , при этом $T_{hot} > T_{cold}$, кроме того, во всех точках одной плоскости температура одинаковая). Предположим, что направлении перпендикулярном указанным плоскостям (ось x на рис.1) температура меняется непрерывно от T_{hot} до T_{cold} . Введём понятие изотермической поверхности. Если соединить точки тела, имеющие одинаковую температуру, можно получить поверхность равных температур, называемую *изотермической поверхностью*. Очевидно, что для случая, представленного на рис.1, изотермическими поверхностями являются плоскости сечения параллелепипеда, параллельные плоскостям ($x=0, d$). Подобную ситуацию

нетрудно получить на практике, разогрев один из концов материала, имеющего форму параллелепипеда.

Температура в теле изменяется только в направлениях, пересекающих изотермические поверхности. При этом наибольший перепад температуры на единицу длины происходит в направлении нормали к изотермической поверхности [2]. Изменение температуры в этом характеризуется градиентом температуры.

Градиент температуры – это вектор, направленный по нормали к изотермической поверхности в сторону возрастания температуры и численно равный производной от температуры по этому направлению. В общем виде:

$$\nabla T = \frac{\partial T}{\partial n} \vec{n}_0, \quad (1)$$

где \vec{n}_0 – единичный вектор, направленный по нормали к изотермической поверхности. В выбранной на рис.1 системе координат

$$\nabla T = (\nabla T)_x = \frac{\partial T}{\partial x} \vec{i}, \quad (1')$$

здесь \vec{i} – единичный вектор в направлении оси абсцисс.

Очевидно, что для выбранных условий

$$\nabla T = \frac{\Delta T}{d} \vec{i} = \frac{T_{hot} - T_{cold}}{d} \vec{i}, \quad (2)$$

Таким образом, сформировав *разность температур* между гранями материала мы создаём *градиент температур* внутри этого материала. В частном случае градиент температур является константой, т.е. температура изменяется равномерно и по линейному закону при переходе от «горячего» конца (с температурой T_1) к холодному (T_2). Состояние с отличным от нуля градиентом температур является термодинамически неравновесным и, согласно второму закону термодинамики, система будет стремиться перейти в термодинамическое равновесие – возникнет *тепловой поток* – процесс переноса энергии от «горячего» конца к «холодному». Физические закономерности этого процесса зависят от свойств материала, а также от начальных и граничных условий.

Например, в полностью изолированном от внешней среды теле тепловой поток не пересекает его границы, и, следовательно, протекает внутри материала до тех пор,

пока температура в каждой его точке не станет одинаковой. В общем виде, тепловой поток связан с коэффициентом теплопроводности структуры выражением:

$$q = -\lambda \frac{\partial T}{\partial n} \vec{n}_0, \quad (3)$$

где q – плотность теплового потока – количество тепла, прошедшего за единицу времени через единицу площади изотермической поверхности, λ – коэффициент теплопроводности, связывающий количество тепла и градиент температур. Таким образом, коэффициент теплопроводности является количественной характеристикой процесса переноса тепловой энергии. По определению, коэффициент теплопроводности – это количество тепла, которое проходит в единицу времени через единицу площади при температурном градиенте равном единице [2]. Иными словами, коэффициент теплопроводности описывает способность тела проводить тепло [1].

Можно поставить аналогию между процессами переноса тепла и процессами переноса электрических зарядов. Движение зарядов обусловлено градиентом электростатического потенциала, а перенос тепла – градиентом температур. В этой логике тепловой поток аналогичен электрическому току, а коэффициент теплопроводности – это тепловой аналог электропроводности. Аналогия между электрическими и тепловыми характеристиками отображена в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Аналогия между электрическими и тепловыми процессами

Электрические характеристики	Тепловые характеристики
Плотность электрического тока \vec{j}	Тепловой поток $\partial T / \partial \vec{n}$
Разность потенциалов U	Градиент температуры ∇T
Электрическая ёмкость C	Теплоёмкость C_v, C_p, C
Электрическая проводимость σ	Теплопроводность λ

Тепловой поток распространяется до тех пор, пока сохраняется градиент температур. Закон изменения температуры в любой точке материала в момент времени t описывается уравнением теплопроводности:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \nabla^2 T + \frac{q_v}{c\rho}, \quad (4)$$

здесь введён коэффициент a , который носит название температуропроводности. Температуропроводность материала определяется как:

$$a = \frac{\lambda}{c_p \rho}, \quad (5)$$

где c_p – изобарная удельная теплоёмкость материала, ρ – плотность. Коэффициент q_v – это величина теплового потока за счёт внутренних источников. Слагаемое $q_v/c_p\rho$ учитывает выделение тепла за счёт внутренних источников в этой точке, либо поглощение тепла за счёт перевода тепловой энергии в другие виды энергии, например, в световую энергию (в втором случае величина $q_v/c_p\rho$ отрицательная). *Детальный вывод уравнения теплопроводности приведён в [2].*

Решение уравнения (4) зависит от начальных и граничных условий, от условий теплообмена между материалом и окружающей средой. Например, довольно распространена ситуация, при которой градиент температур не зависит от времени. В этом случае «горячий» конец материала получает тепловую энергию извне, и эта энергия частично преобразуется в другие виды энергии, а частично – отводится от холодного конца. В частности, такая ситуация характерна для систем, в которых тепловая энергия преобразуется в электрическую (эффект Зеебека).

Рассмотрим более подробно различия между коэффициентом теплопроводности λ и температуропроводности a . Понимание различия физического смысла этих величин необходимо для дальнейшего рассмотрения решения уравнений теплопереноса.

Коэффициент температуропроводности a – физическая величина, характеризующая скорость изменения (выравнивания) температуры вещества в неравновесных тепловых процессах [3]. Эта величина показывает насколько быстро холодная грань структуры нагреется от горячей грани, причём, согласно формуле (5), с учётом теплоёмкости материала. Величина тепловой энергии, которую нужно затратить на изменение температуры образцы на 1 градус, зависит от коэффициента теплоёмкости, а скорость переноса этой энергии к холодным частям материала – от коэффициента теплопроводности, что и характеризуется формулой (5) для коэффициента a . Поскольку уравнение теплопроводности описывает временную и пространственную зависимость температуры (скалярной функции), то в качестве размерного коэффициента необходимо использовать именно a .

Коэффициент теплопроводности λ , согласно [2] – это количество теплоты, передаваемое за единицу времени через единицу площади изотермической поверхности при температурном градиенте, равном единице. Данный параметр напрямую характеризует не скорость передачи и выравнивания температуры, а величину тепловой энергии, которая может распространяться в структуре в единицу времени через единицу площади. Поэтому коэффициент λ в явном виде не учитывает способность любого тела аккумулировать тепло (не учитывает теплоёмкость). Коэффициент λ используется для описания процессов переноса тепловой энергии. Для решения уравнения теплопроводности эти процессы наиболее важны при рассмотрении переноса тепла через границу двух сред. Здесь большое значение играет закон сохранения теплового потока, который позволяет задать граничные условия для решения уравнения (4).

2. Метод стационарного теплового потока

2.1. Общее описание метода

Метод стационарного теплового потока СТП является технологически простым методом исследования температурной зависимости коэффициента теплопроводности пластин любого типа проводимости. Метод основан на пропускании температурного потока через исследуемую структуру и через два эталона с известными коэффициентом теплопроводности. В ходе эксперимента измеряется температура между гранями образца и эталонов и по относительной разности измеренных температур вычисляется коэффициент связи между величинами $\lambda_{sample} = \beta \cdot \lambda_{standard}$.

2.2. Математическое обоснование метода.

Рассмотрим систему, состоящую из N -плоскопараллельных пластин, скреплённых между собой (рис. 2.1). Коэффициент теплопроводности i -пластины равен λ_i . Будем считать, что тепловой контакт между пластинами идеальный, то есть температура нижней грани $(i - 1)$ -пластины равна температуре верхней грани i -пластины. Данное условие на практике можно реализовать, если пространство между пластинами заполнить термоклеем или термопастой, обладающей высоким значением коэффициента теплопроводности по сравнению с коэффициентами теплопроводности пластин и окружающей среды. Данное условие необходимо для того, чтобы исключить из рассмотрения тепловые потери на границах пластин, наличие тепловых потерь существенно скажется на точности измерений.

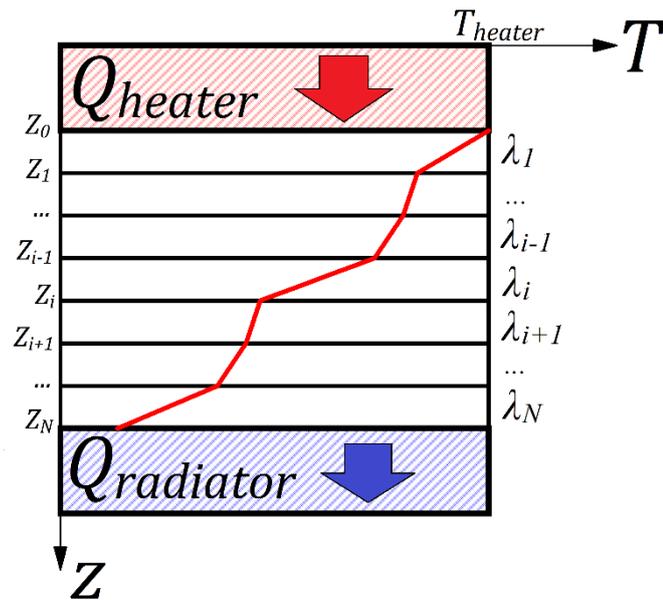


Рис. 2.1. Распределение температуры в стационарных условиях в системе, состоящей из N -плоскопараллельных пластин с произвольным значением коэффициента теплопроводности.

Столка из пластин закреплена на нагревателе, который формирует тепловой поток в систему равный Q_{heater} . Величина теплового потока задаётся в эксперименте и не меняется со временем. С противоположной стороны к системе прикреплён радиатор, который отводит тепло. Поток отводимого тепла обозначим $Q_{radiator}$. Стоит отметить, что поток отводимого тепла также постоянен во времени и зависит только параметров радиатора и его теплового контакта с окружающей средой. Нагреватель и радиатор – массивные объекты, обладающие коэффициентом теплоёмкости C , значительно превышающим теплоёмкость любого i -слоя и теплоёмкости всех слоёв в сумме. Данное условие необходимо для того, чтобы температуры нагревателя и радиатора не зависели от температур слоя в системе, а задавались лишь экспериментатором. По сути, для данной системы нагреватель – это источник тепла бесконечного объёма, а радиатор – бесконечный резервуар этого тепла.

Для расчёта распределения температуры в такой системе необходимо для каждого слоя решить уравнение теплопроводности, иными словами решить систему уравнений (4), приняв в рамках задачи измерения коэффициента теплопроводности, что $q_v = 0$. Тогда, в общем виде для слоя с номером i получим [8]:

$$\frac{\partial T_i(x, y, z, t)}{\partial t} = a_i \cdot \left[\frac{\partial^2 T_i(x, y, z, t)}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_i(x, y, z, t)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T_i(x, y, z, t)}{\partial z^2} \right], \quad (2.1)$$

$$i = \overline{1, N},$$

где a_i – коэффициент температуропроводности i -слоя, $T_i(x, y, z, t)$ – функция распределения температуры в i -слое. Коэффициент температуропроводности связан с коэффициентом теплопроводности выражением (5).

Уравнение (2.1) представляет собой сложное четырёхмерное (три координаты пространства и одно времени) дифференциальное уравнение второго порядка в частных производных, решение которого в общем виде представляет собой трудную математическую задачу. Для получения аналитического решения данной задачи необходимо ввести ряд практических упрощений:

1. *Квазитермодинамическое рассмотрение.* В рассматриваемой системе тепловые потоки подвода и отвода тепла не зависят от времени, следовательно, мы рассматриваем ситуацию, в рамках которой установилось квазитермодинамическое равновесие. Такая ситуация устанавливается спустя некоторое время после начала разогрева.

Время установления квазитермодинамического равновесия пропорционально коэффициенту температуропроводности $t_{st} \sim a$. Исследуя характер кривой нагревания можно оценить величину данного теплового параметра. На этом неравновесном эффекте основаны несколько методик измерения коэффициента температуропроводности, например, метод лазерной вспышки [9]. Однако, исходя из формулы (5), можно увидеть, что для пересчёта коэффициента теплопроводности из коэффициента температуропроводности необходимо знать плотность исследуемого материала и, что самое главное, теплоёмкость, измерение которой сопряжено с различными экспериментальными сложностями [10].

Для момента времени, удовлетворяющего условию $t \gg t_{st}$, изменение временной составляющей скалярной функции температуры в i – слое подчиняется уравнению:

$$\frac{\partial T_i(x, y, z, t)}{\partial t} = 0, i = \overline{1, N}. \quad (2.2)$$

2. *Геометрическое ограничение.* Пренебрежём теплообменом системы с окружающей средой на боковых гранях, приняв допущение малой площади контактов всех боковых поверхностей. Данное условие можно создать, если система будет находиться в разреженной среде с давлением $P \sim 10^{-1}$ Торр (около 100 Па). Важно отметить, чем выше уровень вакуума, тем лучше выполняется допущение об отсутствии тепловых потерь с боковых граней¹².

Такое допущение является необходимым условием для изотропного распределения температуры в латеральной плоскости XY, при этом возникает два дополнительных упрощения (тепловой поток распространяется вертикально вдоль направления Z) для каждого i -слоя:

$$\frac{\partial^2 T_i(x, y, z, t)}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 T_i(x, y, z, t)}{\partial y^2} = 0, i = \overline{1, N}. \quad (2.3)$$

С учётом (2.2) и (2.3) выражение (2.1) запишется в виде:

$$a_i \cdot \frac{\partial^2 T_i(z)}{\partial z^2} = 0, i = \overline{1, N}. \quad (2.4)$$

Таким образом, с учётом всех упрощений задача свелась к одномерной. Проинтегрируем выражение (2.4) один раз:

$$\frac{\partial T_i(z)}{\partial z} = \frac{const}{a_i}, i = \overline{1, N}. \quad (2.5)$$

Выражение (2.5) показывает, что разница температур на гранях i -слоя определяется лишь толщиной этого слоя и величиной, обратно пропорциональной его коэффициенту температуропроводности. Значит, функция распределения температуры по координате z в каждом слое линейная, но, с различающимся углом наклона, который определяется коэффициентами температуропроводности и, соответственно, теплопроводности i -слоя (см. рис. 2.1). Для дальнейшего решения системы уравнений (2.5) необходимо задать два граничных условия: первое условие уже было сформулировано при постановке самой задачи – равенство температур

¹ В данном случае речь идёт о потере тепла за счёт теплообмена. Процессами излучения в рамках данной модели пренебрегают, однако данное допущение неочевидно и зависит от излучающей способности конкретной исследуемой структуры.

² Утверждение, что уровень вакуума должен быть как можно выше не совсем верно, так как высокая степень вакуума усложняет процессы теплоотдачи с радиатора охлаждения (отвода тепла). В условиях высокого и сверхвысокого вакуума процессы теплообмена слабые, отвод тепла потребует дополнительных инженерно-технических решений.

между гранями соседних слоёв в силу идеальности теплового контакта. Согласно (2.5) равенство производных функции температуры не может служить вторым граничным условием, так как коэффициент температуропроводности и связанный с ним коэффициент теплопроводности для каждого слоя произвольны, а значит, производная функции температуры в общем случае испытывает скачок на каждой границе. В роли второго граничного условия может выступать закон сохранения энергии или, как его удобно выразить в данной системе, баланс тепловых потоков. С учётом равенства площадей всех слоёв для каждой границы можно записать:

$$\lambda_i \frac{\partial T_i}{\partial z} /_{z=z_i} = \lambda_{i+1} \frac{\partial T_{i+1}}{\partial z} /_{z=z_i}, i = \overline{1, N-1}. \quad (2.6)$$

Важно отметить, что именно в уравнении баланса тепловых потоков роль размерного коэффициента играет коэффициент теплопроводности, который характеризует пропускаемую через поперечное сечение каждого i -слоя тепловую энергию.

Поскольку, в соответствии с выражением (2.5), функция распределения температуры в каждом слое – линейная, от бесконечно малых можно перейти к конечным величинам:

$$\lambda_i \frac{T(z = z_i) - T(z = z_{i-1})}{z_i - z_{i-1}} = \lambda_{i+1} \frac{T(z = z_{i+1}) - T(z = z_i)}{z_{i+1} - z_i}, i = \overline{1, N-1}. \quad (2.7)$$

Ограничимся тремя пластинами, причём пусть две из них будут с одинаковыми толщинами и с заданным, причём с высокой точностью, значением коэффициентом теплопроводности λ_{st} – эталонные структуры (см. рис. 2.2)

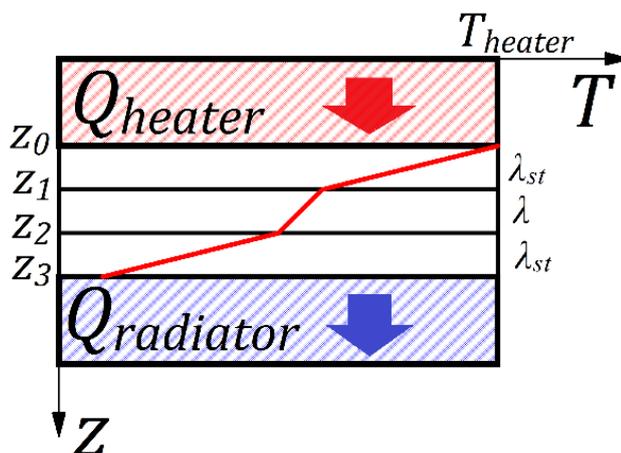


Рис. 2.2. Система, состоящая из трёх плоскопараллельных пластин, две из которых являются эталонными.

Тогда система уравнений (2.7) запишется в виде:

$$\begin{cases} \lambda_{st} \frac{T(z_1) - T(z_0)}{z_1 - z_0} = \lambda_1 \frac{T(z_2) - T(z_1)}{z_2 - z_1}, \\ \lambda_{st} \frac{T(z_3) - T(z_2)}{z_3 - z_2} = \lambda_2 \frac{T(z_2) - T(z_1)}{z_2 - z_1}. \end{cases} \quad (2.8)$$

где $\lambda_{1,2}$ – коэффициент теплопроводности исследуемой структуры, рассчитанный из сравнения с первым и вторым эталонным соответственно; $(z_1 - z_0)$, $(z_2 - z_1)$, $(z_3 - z_2)$ – толщина первой, второй и третьей пластин, соответственно. Тогда итоговый коэффициент теплопроводности выразится формулой³:

$$\lambda = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2}. \quad (2.9)$$

Таким образом, при соблюдении сформулированных выше ограничений, измерение коэффициента теплопроводности сводится к измерениям температур на границах нагреватель-эталон, эталон-образец, образец-эталон, эталон-радиатор, толщин эталонов и образца и к расчёту по формуле (2.9).

2.3. Пределы применимости метода

Данный метод позволяет проводить измерения коэффициента теплопроводности любых с точки зрения электрической проводимости структур (металлы, полупроводники, диэлектрики) со следующими ограничениями:

1. *Геометрические ограничения:* использование данного метода накладывает ряд жёстких геометрических ограничений на исследуемые структуры:

1.1. *Ограничение латеральных (длина и ширина) размеров:* условием применимости граничных условий (2.6) является совпадение теплового потока, выходящего из нижнего слоя, и теплового потока, входящего в верхний слой. Данное условие достигается одинаковой площадью контактов между пластинами.

³ Второй эталон нужен для повышения точности измерений. Вообще говоря, можно обойтись одним эталоном, что приведёт к вырождению системы (2.8) в одно уравнение.

Соответственно, необходимо подгонять латеральные размеры образца под размеры эталонов или наоборот.

1.2. *Ограничение толщины образца:* формулы для расчёта коэффициента теплопроводности были получены в приближении отсутствия теплового потока через боковые грани образцов. Данное приближение основано на порядковой разнице величин площадей основания и боковых поверхностей. Увеличение толщины исследуемой структуры приведёт к нарушению данного приближения и появлению систематической ошибки в эксперименте. Проведение измерений в вакууме существенно «смягчает» данное ограничение в силу отсутствия воздушной среды, которая могла бы участвовать в отведении тепла. Но даже в этом случае испускание гранями образца теплового излучения приводит к системной ошибке в измерении λ , поэтому наиболее точными являются измерения образцов, латеральные размеры которых значительно больше их толщины.

2. *Ограничение на эталоны:* согласно формуле (2.8) результат измерений будет тем точнее, чем ближе по значению коэффициент теплопроводности эталонов к значению коэффициента теплопроводности исследуемой структуры, которое, вообще говоря, до проведения эксперимента не известно. Следовательно, необходимо правильно подобрать эталонные структуры, либо проделать эксперимент с разными эталонами, последовательно приближаясь к наилучшей паре материалов. Более подробно влияние выбора эталонных структур будет рассмотрено ниже.

3. *Ограничение на теплоёмкость материалов:* формулы для расчёта коэффициента теплопроводности были получены из условия, что нагревательный элемент является источником бесконечной теплоёмкости, то есть его температура не зависит от разогрева структур (для того, чтобы считать тепловой поток от нагревателя постоянной величиной). Аналогичные рассуждения были приведены и для радиатора. Данное приближение на практике можно реализовать, используя в качестве нагревательного элемента и радиатора материалы, геометрические размеры и масса которых во много раз превосходят соответствующие параметры исследуемого образца и используемых при измерениях эталонов.

2.4. Точность метода

Точность данного метода измерения коэффициента теплопроводности определяется двумя параметрами:

- Точностью определения температур границ слоёв.
- Правильностью выбора эталонных образцов.

Первое условие обеспечивается термопарами, которые будут использоваться в эксперименте и прибором, которым будут регистрироваться показания термопар. Более подробно это будет рассмотрено в методической части пособия. В этом пункте остановимся на обосновании «правильности» подбора эталонных структур.

Рассмотрим подробнее конечную формулу расчёта коэффициента теплопроводности структуры, которая учитывает один эталон:

$$\lambda_{sam} = \frac{\Delta T_{st}}{\Delta T_{sam}} \cdot \frac{d_{sam}}{d_{st}} \cdot \lambda_{st}, \quad (2.10)$$

где d_{sam} – толщина исследуемого образца, d_{st} – толщина эталона, ΔT_{sam} – разность температур между гранями исследуемого образца, ΔT_{st} – разность температур между гранями эталона.

Точность полученного коэффициента теплопроводности зависит от соотношения разностей температур, которые возникают между гранями эталона и исследуемого образца, выразим эту величину:

$$\frac{\Delta T_{st}}{\Delta T_{sam}} = \frac{d_{sam}}{d_{st}} \cdot \frac{\lambda_{st}}{\lambda_{sam}} = \beta. \quad (2.11)$$

Величина β определяет точность эксперимента, так как характеризует доли распределения разности температур между образцом и эталоном. Например, если коэффициент $\beta \gg 1$, то вся разность температур между радиатором и нагревателем сосредоточена на эталоне, разность температур на образце будет малой величиной, что приведёт к большой ошибке. Описанные рассуждения являются аналогией в методике определения сопротивления резистора с помощью эталона (аналогия между электрическими и тепловыми процессами была показана ранее).

Таким образом, толщины слоёв и их коэффициенты теплопроводности нужно выбирать из соображений, чтобы коэффициент β лежал в диапазоне $[0,1\div 10]$. Из формулы (2.11) следует, что наиболее оптимальная пара – это такие материалы, у которых и толщина и коэффициент теплопроводности близки, однако, данное условие выполнить крайне сложно, поскольку коэффициент теплопроводности исследуемой структуры заранее неизвестен. Для решения этой задачи можно воспользоваться следующим алгоритмом:

1. Провести измерения с помощью произвольных эталонов в случае, если о тепловых свойствах исследуемой структуры нет никакой информации. Для ряда материалов информацию о коэффициенте теплопроводности можно найти из таблиц, в этом случае можно сразу подобрать эталоны той же толщины, что и образец и с близким значением коэффициента теплопроводности.

2. Провести расчёты, получить значение коэффициента теплопроводности образца. По полученному значению подобрать новые, более подходящие эталоны.

3. Повторять пункт 2 до тех пор, пока значение λ не будет измерено с заданной точностью.

Важно отметить, что согласно формуле (2.11), различие в коэффициентах теплопроводности между эталоном и образцом можно компенсировать варьированием толщины эталона. Например, если коэффициент теплопроводности эталона много меньше коэффициента теплопроводности исследуемого образца, для достижения необходимой точности можно уменьшить толщину эталона.

На рис. 2.4 показаны экспериментально полученные значения температурной зависимости коэффициента теплопроводности кремниевой подложки марки КДБ-5000 <100>. Подложка имеет толщину 380 мкм. Согласно [12] коэффициент теплопроводности кремния при 300К равен 155 Вт/м·К. Сплошной линией показаны табличные значения [12], штриховой – экспериментально полученные значения коэффициента теплопроводности, в качестве эталонов выступали пластинки кварцевого стекла толщиной 2 мм, коэффициент теплопроводности которых при 300К составляет величину 8 Вт/м·К [12]. Полученные экспериментальные значения близки к табличным, но, как видно из графика, характеризуются сравнительно

высоким значением погрешности, которое не удовлетворяет требованиям к измерениям. С целью повышения точности эксперимента в качестве эталонов выступали пластинки сапфира толщиной 500 мкм, коэффициент теплопроводности которых при 300К составляет величину 46 Вт/м·К [12]. Тем самым соотношение β было увеличено. Результаты эксперимента показаны на рис. 2.4 точками. Как видно из графика, точность экспериментальных данных после замены эталонных структур значительно выросла.

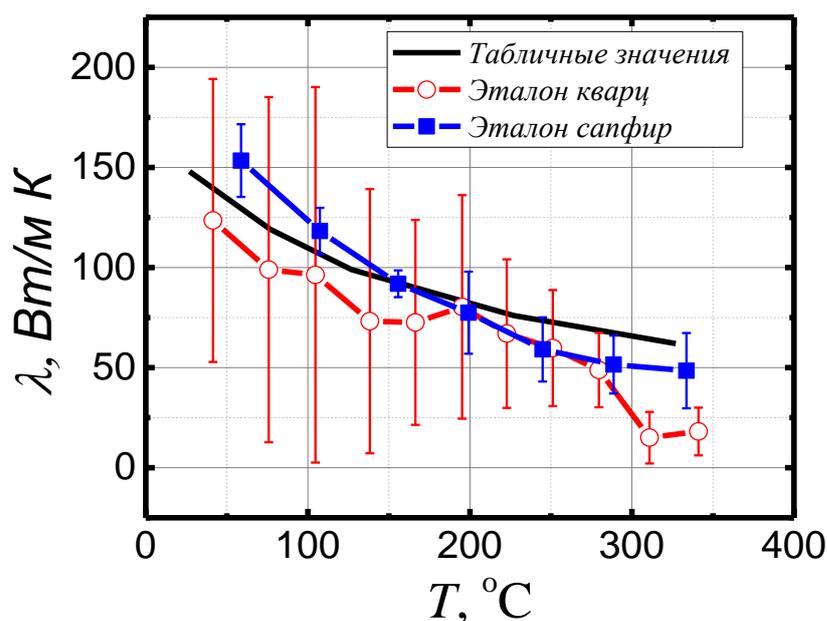


Рис. 2.4. Сравнение экспериментально полученных температурных зависимостей коэффициента теплопроводности кремниевой подложки с табличными данными (чёрная кривая) при использовании в качестве эталонных структур 2 мм стекла (открытые круги) и подложки сапфира (закрытые квадраты).

Данный метод является простым в реализации, но не обладает высокой точностью: наименьшая погрешность метода может составлять около 10%. Важно отметить, что точность метода определяется не только выбором эталонных структур, но и точностью измерения температур. Этот фактор будет подробно рассмотрен в методической части пособия.

2.5. Пределы применимости метода

Методом стационарного теплового потока можно проводить измерения коэффициента теплопроводности в широком интервале температур (ограничение по температуре обусловлено лишь фазовыми переходами первого рода образца и эталонов).

Значение коэффициента теплопроводности сверху ограничено лишь используемыми эталонами: чем выше коэффициент теплопроводности образца, тем с большим значением λ необходимо подбирать эталоны. Кроме того, для образцов с высоким значением λ сложно задать высокую разность температур, а, следовательно, получить высокую точность метода. Ограничение на минимальное значение измеряемого коэффициента теплопроводности связано с влиянием конкурирующих механизмов переноса энергии, например, с тепловым излучением. Этот эффект не учитывается в физической модели метода теплового потока и, следовательно, при его равнозначном влиянии на значение температуры расчёты покажут ошибочное значение [7]. Значения λ , при которых вклад теплового излучения сравним с вкладом теплопереноса, составляет около 0,1 Вт/м К [7].

2.6. Сравнительный анализ методов измерения коэффициента теплопроводности

Помимо метода стационарного теплового потока существует ещё множество методов определения коэффициента теплопроводности: метод частотного разделения (метод 3ω) [13-15], метод лазерной вспышки [9] и метод зондовой микроскопии [16]. Каждый из этих методов обладает рядом достоинств и недостатков, сравнительные характеристики этих методов сведены в таблицу 2.1.

Таблица 2.1. Достоинства и недостатки описанных методов измерения коэффициента теплопроводности.

Метод стационарного теплового потока		Метод частотного разделения (3ω - метод)	
<i>Достоинства</i>	<i>Недостатки</i>	<i>Достоинства</i>	<i>Недостатки</i>
Простота метода	Низкая точность	Высокая точность измерений	Использование дорогостоящего оборудования
Дешевизна метода	Необходимость подбора эталонных образцов	Возможность достоверного определения коэффициента теплопроводности тонких плёнок	Длительность измерений
Отсутствие предварительных технологических операций	Необходимость строгого сопоставления геометрических размеров исследуемой структуры и эталонов		Необходимость предварительной технологической обработки
Возможность проводить измерения коэффициента теплопроводности структур любой проводимости (металлы, диэлектрики, полупроводники)	Длительная подготовка к измерениям		Высокие требования к неровностям поверхности исследуемой структуры
Широкий температурный диапазон измерений	Требование к наличию вакуума	-	Температурный диапазон измерений ограничен деградацией металлической полоски
	Огромная погрешность при измерении коэффициента теплопроводности тонких плёнок	-	Требование к наличию вакуума
-	Сложность метода	-	Невозможность проводить измерения на низкоомных структурах
Метод лазерной вспышки		Метод зондовой микроскопии	
<i>Достоинства</i>	<i>Недостатки</i>	<i>Достоинства</i>	<i>Недостатки</i>
Отсутствие предварительных технологических операций	Коэффициент теплопроводности вычисляется косвенным образом	Возможность измерения коэффициента	Возможность получения коэффициента теплопроводности только в приповерхностном слое

		теплопроводности в локальной области	
Возможность проводить измерения коэффициента теплопроводности структур любой проводимости (металлы, диэлектрики, полупроводники)	Необходимость в нанесении поглощающего лазерное излучение покрытия в случае прозрачности исследуемой структуры	Возможность получения карты распределения коэффициента теплопроводности по поверхности исследуемой структуры	Использование дорогостоящего оборудования
Широкий температурный диапазон измерений	Использование дорогостоящего оборудования	Высокая точность измерений	Сложность метода

Таблица 2.2. Сравнительная характеристика приведённых методов измерения коэффициента теплопроводности.

Методики	Требование к наличию вакуума	Требование к высокому качеству поверхности (низкий коэффициент шероховатости)	Необходимость дополнительной технологической подготовки структуры	Наличие дорогостоящего измерительного оборудования	Высокая точность измерения коэффициента теплопроводности подложек	Высокая точность измерения коэффициента теплопроводности тонких плёнок
Метод стационарного теплового потока	++	+	-	-	-	-
Метод лазерной вспышки	+	+	-	+	-	-
Метод частотного разделения (3ω - метод)	+	++	++	+	+	+
Метод зондовой микроскопии	-	-	-	++	++	++

С описанными методами можно ознакомиться из литературы [9,11-16]. Стоит отметить, что метод СТП уникален своей простотой, дешевизной и не накладывает ограничения на размеры и электрическую проводимость образцов. Из главных недостатков метода важно упомянуть низкую точностью и, что самое главное, невозможность проводить достоверные измерения коэффициента теплопроводности тонкоплёночных структур.

3. Схема установки и методика измерений

3.1. Принципиальная схема установки

Образец закрепляется между двумя эталонными структурами как показано на рис. 3.1. Полученная стопка закрепляется на графитовом столике, сверху устанавливается металлический радиатор для отвода тепла.

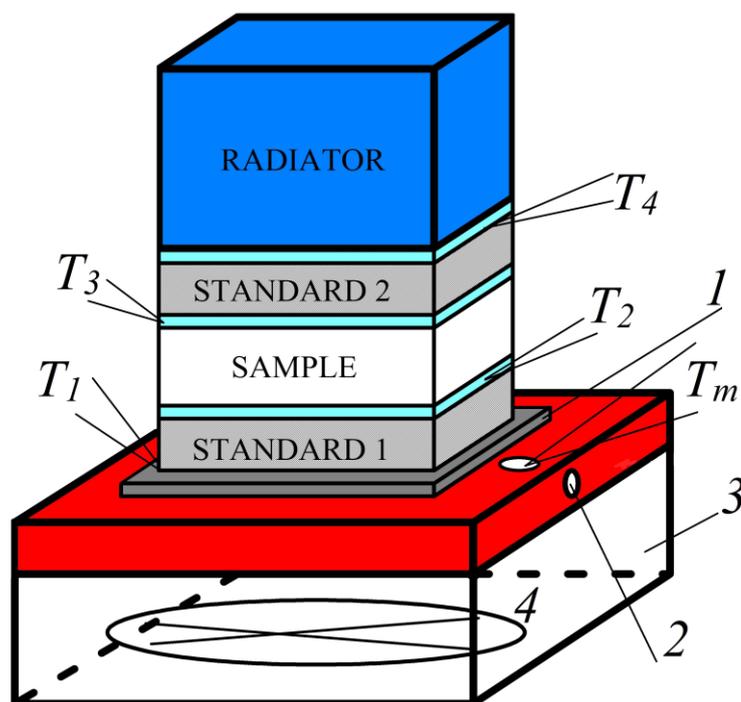


Рис. 3.1. Схема крепления образца: 1 – слюда, 2 – крепёжный болт для управляющей термопары – танталовый корпус печи, 4 – галогеновая лампа, *Standard_i* – эталонные структуры, *Radiator* – радиатор, T_i – термопары.

Между стопкой со структурами и графитовым столиком прокладывается слюда для электрической развязки от заземлённого столика. Между каждой границей прокладывается плоская термопара, которая раскатана на валиках до толщины 0,01 мм. Подогрев столика осуществляется посредством излучения галогеновой лампы.

Принципиальная схема установки измерения коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока показана на рис. 3.2.

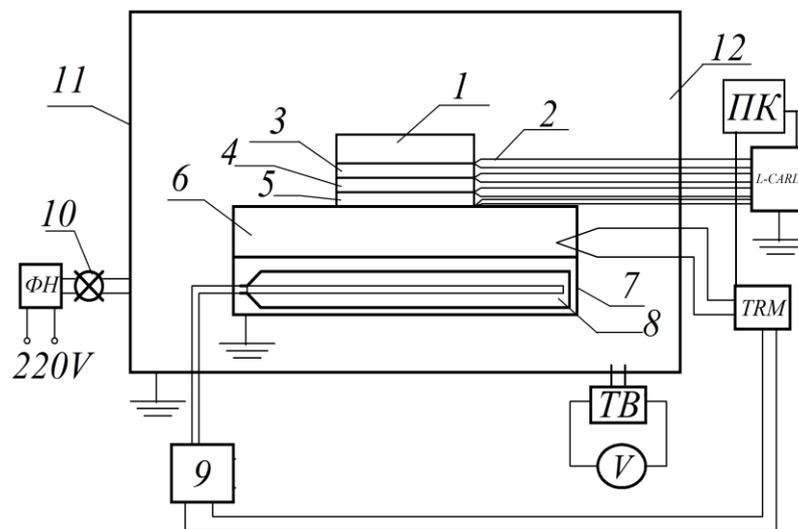


Рис. 3.2 – Принципиальная схема установки измерения коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока: 1 – радиатор, 2 – термопары хромель-алюмель, 3 – ион 1, 4 – исследуемый образец, 5 – эталон 2, 6 – графитовый столик, 7 – танталовый корпус, 8 – галогеновая лампа (нагреватель столика), 9 – блок управления лампы, 10 – клапан, 11 – колпак вакуумного универсального поста ВУП, 12 – камера, ΦH – форвакуумный насос, TRM – температурный регулятор, $L-CARD$ – аналогово-цифровой преобразователь, регистрирующий показания с термопар, TB – термопарный вакуумметр, V – вольтметр, $ПК$ – персональный компьютер.

Нагрев галогеновой лампы управляется с помощью регулятора TRM к которой подключена управляющая термопара, закреплённая спаем в графитовом столике. Выводы термопар $T_1 - T_4$ подключены к системе сбора данных $L-CARD$, которая совместно с TRM подключена к персональному компьютеру $ПК$ и управляется с помощью специального программного обеспечения. Вся система помещена в вакуумную камеру, откачка воздуха из которой осуществляется с помощью форвакуумного насоса ΦH . Вакуум в камере регистрируется с помощью термопарного вакуумметра TB , подключённого к вольтметру V . Вся измерительная схема сконструирована на базе вакуумного универсального поста $ВУП$.

3.2. Требования к образцу

Образец должен представлять собой форму параллелепипеда с отшлифованными и отполированными верхними гранями для достижения наилучшего теплового контакта с эталонными структурами.

3.3. Требования к эталонам

В методике СТП к эталонным структурам предъявляются следующие требования:

1. Геометрическое

Совпадение латеральных размеров исследуемой структуры и эталонов для обеспечения условия теплового баланса между гранями. К толщине эталонов никаких требований не предъявляется, более того, варьирование толщины эталонов может позволить повысить точность определения коэффициента β .

2. Тепловое

Для достижения наилучшей точности коэффициент теплопроводности эталонов должен быть как можно ближе по значению к коэффициенту теплопроводности исследуемой структуры.

3.4. Подготовка к измерениям

Образец приклеивается к эталонным структурам с помощью теплопроводящего термокля (коэффициент теплопроводности 7,5 Вт/м·К). Между слоями закрепляются плоские термодары, о которых было сказано выше. Для достижения наилучшего теплового контакта слои между собой необходимо сжать. Стоит отметить, что разность температур между слоем термокля считается бесконечно малым по

сравнению с разностью температур между гранями эталонных структур и исследуемой структуры в виду его малой толщины.

3.5. Калибровка термопар

Для получения достоверного значения коэффициента теплопроводности исследуемой структуры методом СТП необходимо регистрировать температуру между структурами с точностью до 0,1 °С. Значение температуры измеряется с помощью термопар. Принцип работы термопарных датчиков температуры основан на эффекте Зеебека – возникновении разности потенциалов в любом материале, грани которого находятся при различной температуре (см. рис. 4.3).

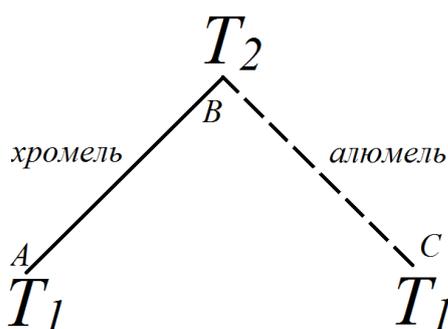


Рис. 3.3. Принцип работы термопарных датчиков температур.

Величина возникающего электрического напряжения зависит от размерной величины α [мкВ/К] – коэффициент Зеебека и определяется выражением:

$$U = \alpha \cdot \Delta T. \quad (3.1)$$

Значение этого коэффициента в металлах мало и составляет несколько десятков мкВ/К. Для увеличения эффекта в качестве датчика можно использовать спай двух металлов, коэффициенты Зеебека которых отличаются по знаку. Легко показать, что общий коэффициент Зеебека в случае спая будет определяться разностью коэффициентов Зеебека металлов, входящих в спай, иными словами напряжение между точками А и С определяется выражением:

$$U_{AB} = \alpha_1(T_1 - T_2) + \alpha_2(T_2 - T_1) = (\alpha_2 - \alpha_1)\Delta T, \quad (3.2)$$

где $\alpha_{1,2}$ – коэффициент Зеебека металла 1 и 2 соответственно. Из выражения (3.2) видно, что металлы с различным по знаку коэффициентом Зеебека будут вместе давать вырабатывать напряжения больше, чем каждый по отдельности. В качестве материалов для термопарного датчика можно использовать спай хромель (24 мкВ/К) – алюмель (-17,3 мкВ/К), изготовление которого является простой задачей. (термопара К-типа).

Концы термопар закрепляются в разъёме рабочей камеры и имеют температуру, равную температуре в комнате. Для достижения необходимой точности измерений необходимо перед каждым экспериментом проводить калибровку термопар относительно опорной термопары которая задаёт температуру столиков. Учёт комнатной температуры производится путём введения соответствующего значения в управляющее ПО (более подробно будет рассмотрено далее).

На рисунке 3.4а показана экспериментально полученная зависимость напряжений, регистрируемых с термопар, от температуры столика, по оси абсцисс отложено время измерений. Данные кривые получены в процессе калибровки термопар, которые будут в дальнейшем использованы при измерении коэффициента теплопроводности кремниевой подложки марки КДБ-5000. Каждой временной точке ставится в соответствие показание температуры столика и величины напряжений, регистрируемых с термопар. Результатом такой математической обработки является получение калибровочной характеристики, связывающей напряжение, возникающее на концах термопары с температурой, при которой находится спай термопары относительно комнатной температуры. Пример таких калибровочных характеристик показан на рисунке 3.4б.

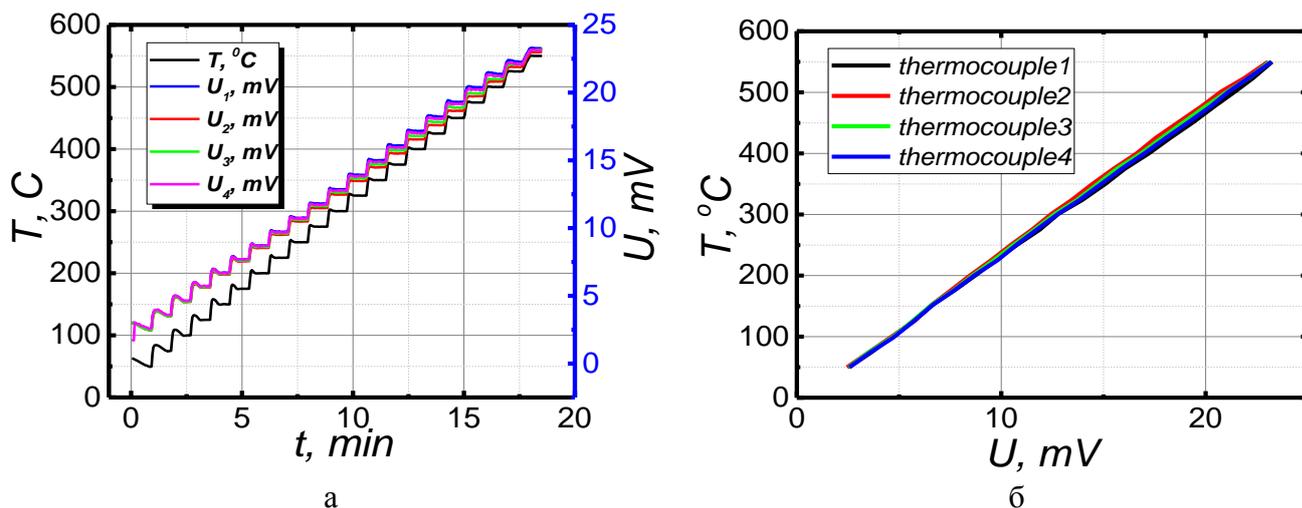


Рис. 3.4 – а – Экспериментально полученные зависимости напряжений, регистрируемых на концах термопар, от нагрева столика, б – рассчитанные калибровочные характеристик термопар.

Из рисунка 3.4б видно, что напряжения на термопарах варьируются на величину $(100 \div 200)$ мкВ, что в пересчёте составляет $(0,1 \div 0,2)$ °С. Подобный разброс температур может существенно увеличивать ошибку измерений, поэтому проводить калибровку термопар необходимо перед каждым экспериментом даже при условии, что термопары уже использовались ранее. Также необходимо помнить, что при использовании в условиях вакуума термопары К-типа (Хромель-Алюмель) со временем деградируют и их калибровочные характеристики смещаются.

3.6. Проведение измерений

Измерительный комплекс автоматизирован и управляется через ПК с помощью специального программного обеспечения. Инструкция к программному обеспечению приведена в приложении 1. Для проведения эксперимента существует следующий алгоритм:

1. Изготовить термопары. Провести их калибровку.
2. Собрать стопку эталон-образец-эталон, предварительно подобрав эталонные структуры. Методики подбора эталонов описаны в разделе 2.3.
3. Установить структуру в вакуумную камеру установки (12 на рис. 3.2). Присоединить управляющую термопару.

4. Закрывать колпак. Включить откачку камеры. Дождаться пока давление остаточных газов в камере будет не больше $1,5 \cdot 10^{-1}$ Торр.

5. Установить температурный интервал измерений, шаг и время измерения при фиксированной температуре в программе измерения. Крайне важно грамотно подобрать время измерений, так как если этот параметр будет слишком мал, система не будет успевать приходить в квазитермодинамическое равновесие. Это приведёт к росту ошибки измерений. Как было сказано выше, время установления равновесия зависит от исследуемых структур и подбирается каждый раз индивидуально.

6. Дождаться окончания записи показаний с термопар. Произвести математическую обработку результатов эксперимента.

В результате эксперимента программа строит зависимость напряжений с термопар и температуры столика от времени. Пример экспериментально полученной зависимости показан на рисунке 3.5.

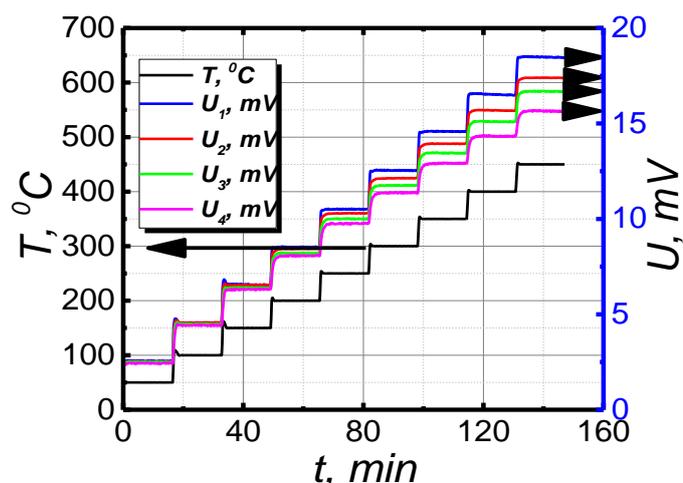


Рис. 3.5 – Экспериментально полученные временные зависимости температуры столика и напряжений, регистрируемых на концах термопар.

Для расчёта температурной зависимости коэффициента теплопроводности по экспериментально полученным данным необходимо связать показания термопар и температуры столика.

3.7. Математическая обработка результатов эксперимента

Математическую обработку можно выполнить в специальном программном обеспечении, описание которого представлено в приложении 2. Рассмотрим алгоритм расчёта полученных результатов на примере данных полученных в эксперименте по исследованию кремниевой пластины марки КДБ-5000. На рис. 3.6а показаны экспериментально полученные температурные зависимости напряжений, регистрируемые на термопарах.

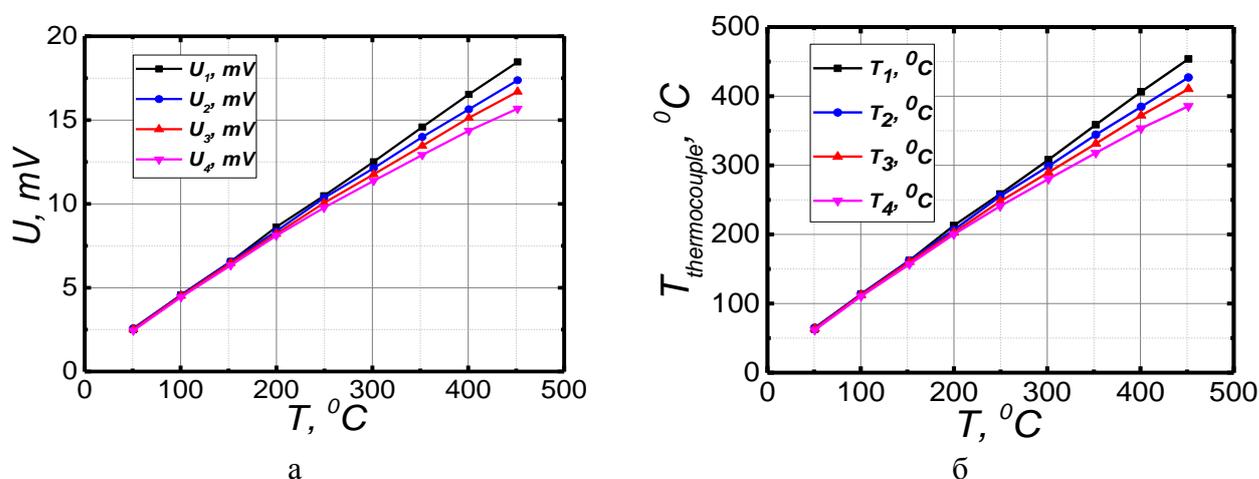


Рис. 3.6. Экспериментально полученные температурные зависимости: а – напряжений, регистрируемых на термопарах, б – температур граней, пересчитанных с помощью калибровочных характеристик.

Для расчёта коэффициента теплопроводности перепишем систему (2.8) в более удобном виде:

$$\begin{cases} \lambda_1 = \frac{d}{d_{st}} \frac{T_2 - T_1}{T_3 - T_2} \lambda_{st} \left(\frac{T_2 + T_1}{2} \right), \\ \lambda_2 = \frac{d}{d_{st}} \frac{T_4 - T_3}{T_3 - T_2} \lambda_{st} \left(\frac{T_4 + T_3}{2} \right), \\ \lambda = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2}. \end{cases}, \quad (4.1)$$

где T_1 – температура перехода «столлик – нижний эталон», T_2 – температура перехода «нижний эталон – образец», T_3 – температура перехода «образец – верхний эталон», T_4 – температура перехода «верхний эталон – радиатор», d – толщина образца, d_{st} –

толщина эталона⁴, λ_{st} – функция коэффициента теплопроводности эталона, зависящая от температуры.

Используя систему (3.12) для пересчёта значений, получим температурную зависимость коэффициента теплопроводности исследуемой структуры, в данном случае, кремниевой подложки марки КДБ-5000 <100> (см. рис. 3.7).

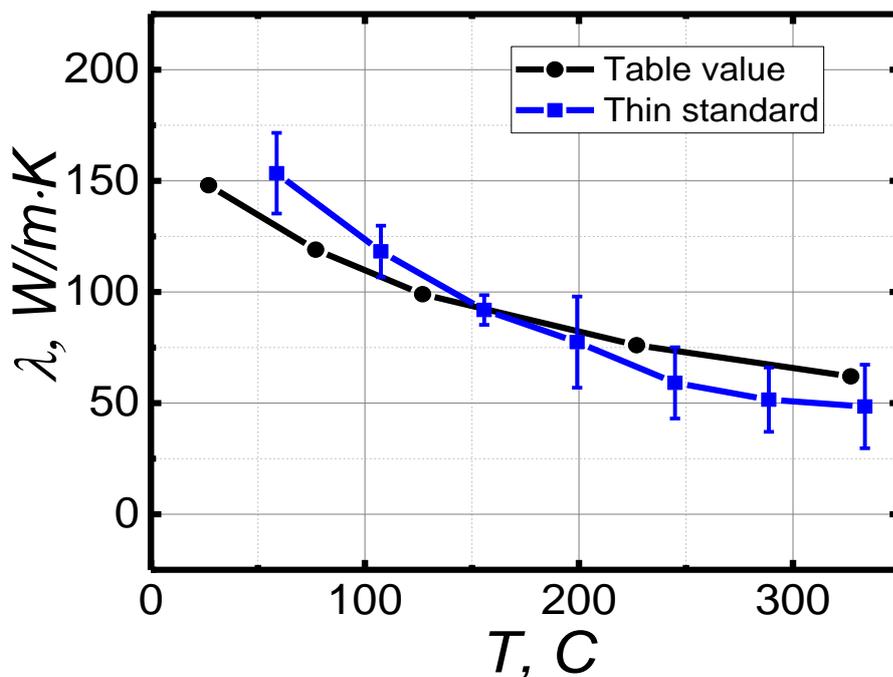


Рис. 3.7. Экспериментально полученная температурная зависимость коэффициента теплопроводности исследуемой структуры, представляющей собой кремниевую подложку марки КДБ-5000 <100> (синяя кривая) и сравнение полученных результатов с табличными данными (чёрная кривая).

Полученные значения коэффициента теплопроводности в пределах погрешности совпадают с табличными данными, что свидетельствует о достижении заявленной точности метода СТП.

⁴ Поскольку характерные толщины исследуемых структур составляют около 1-3 мм измерения толщины можно проводить с помощью микрометра или штангенциркуля.

Вопросы для самоконтроля

1. Какие в природе существуют виды передачи тепла? Приведите примеры практического применения каждого случая.
2. Определение коэффициента теплопроводности.
3. Уравнение теплопроводности. Физический смысл каждого слагаемого. Определение понятия температуропроводности.
4. В чём принципиальная разница между коэффициентами теплопроводности и температуропроводности? Почему в уравнении теплопроводности стоит коэффициент температуропроводности?
5. Виды граничных условий уравнения теплопроводности. Приведите примеры задач с использованием тех или иных условий.
6. В чём заключается идея методики стационарного теплового потока?
7. Получите самостоятельно решение уравнения теплопроводности для системы из трёх пластин. Покажите чем определяется время установления квазитермодинамического равновесия.
8. Почему перед экспериментом важно проводить калибровку термопар?
9. Чем определяется точность эксперимента?
10. Почему в эксперименте необходим вакуум? Необходим ли высокий и сверхвысокий уровень вакуума в методике СТП?
11. Расскажите устройство установки. Опишите принцип работы вакуумной системы.
12. Для чего в установке все провода экранированы, а разъёмы помещены в металлический корпус? Что произойдёт, если убрать экранизацию всех проводов и соединений?
13. Рассчитайте оптимальные эталоны для исследования коэффициента теплопроводности 500 мкм подложек из *Si*, *Ge*, *GaAs*, *InSb* при температуре 100 °С (значения коэффициентов теплопроводности приведены в приложении 3).

Задания

1. Изготовьте термопары. Откалибруйте их или возьмите калибровочные графики у преподавателя.
2. Подберите оптимальные эталоны исходя из первичной информации об исследуемой структуре.
3. Изготовьте сборку из структур, установите её на столик, закрепите столик на печке в вакуумной камере.
4. Оцените время, необходимое для измерения. Задайте температурный интервал измерений (этот пункт согласуйте с преподавателем).
5. Получите температурные кривые, обработайте полученные данные, рассчитайте температурную зависимость коэффициента теплопроводности исследуемой структуры, оцените погрешность измерений

Требования к отчёту

Отчёт должен состоять из четырёх разделов: теоретическая часть, методика эксперимента, экспериментальная часть и выводы. Теоретическая часть должна представлять собой краткое описание методики измерения коэффициента теплопроводности методом СТП в виде письменного ответа на вопросы для самоконтроля. В разделе «Методика эксперимента» необходимо обосновать выбор эталонных структур и параметров времени проведения эксперимента. В экспериментальной части необходимо отразить полученные результаты в виде графиков, таблиц, диаграмм. На основании полученных результатов необходимо сделать вывод о правильности выбора эталонов и временных интервалов. Сравнить полученные данные с табличными значениями и сделать вывод, каким образом можно было бы повысить точность эксперимента. Кроме того, отчёт должен содержать оформленный по ГОСТу список используемой литературы.

Литература

1. Жаров А.В. / Экспериментальный метод измерения теплопроводности наножидкости. / Жаров А.В., Савинский Н.Г. // Fundamental Research. – 2014. – V.8. - P.1345-1350.
2. Коротких А.Г. / Теплопроводность материалов/ А.Г.Коротких// Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. – 97 с.
3. Исаченко В. П. / Теплопередача // Исаченко В. П., Осипова В. А., Сукомел А. С.// М.: Энергия. – 1969
4. Мартиросян А.Л., Демидов Д.М., Свердлов М.А., Кулик А.В., Карпов С.Ю. / Анализ и оптимизация конструкции теплоотводов для мощных лазерных диодов. I теплоотвод традиционной конструкции // Научное приборостроению - 2013. - Т.23, вып.4. - С.40-44.
5. Солнцев С.С. / Некоторые особенности покрытий для плиток многоразовой теплозащиты орбитальных космических кораблей // Электронный научный журнал «Труды ВИАМ». - 2014. - Вып.2. - http://viam-works.ru/ru/articles?art_id=641
6. Щегольков А.В., Попова А.А. / Система тепловой аккумуляции для теплиц на основе ацетата натрия, модифицированного графеном // сб. науч. ст. молодых ученых, аспирантов и студентов / Тамб. гос. техн. ун-т. - Тамбов, 2015. - Вып. VI. С.105-107.
7. Платунов Е.С. / Теплофизические измерения и приборы // Платунов Е.С., Буравой С.Е., Курепин В.П. // Машиностроение. – Ленинград, 1986. – 256с
8. Тихонов А.Н. / Уравнения математической физики // Тихонов А.Н., Самарский А.А. // Москва. – 1953. – 681с.
9. <http://www.spectrosystems.ru/methods/laserflash.shtml>
10. Рогачёв Н.В. / Определение удельной теплоёмкости твёрдых тел // Рогачёв Н.В., Гусева С.И. // Методические указания к лабораторной работе. – Самара, изд-во Самарского государственного аэрокосмического университета. – 2012. – 14с.

11. Воробьёв Ю.В. / Методы исследования полупроводников // Воробьёв Ю.В.// Высшая школа, Москва. – 1988. – 232с.
12. <http://twi.mpei.ac.ru/pvhb/>
13. David de Koninck / Thermal Conductivity Measurements Using the 3-Omega Technique: Application to Power Harvesting Microsystems / David de Koninck. // Department of Mechanical Engineering McGill University Montréal, Canada. – 2008. – 106 с.
14. Maize K. / Measurement of Thin Film Isotropic and Anisotropic Thermal Conductivity Using 3ω and Thermoreflectance Imaging // K. Maize, Y. Ezzahri, X. Wang and A. Shakouri // Department of Electrical Engineering, USA. – 6с.
15. Дорохин М.В. / Измерение коэффициента теплопроводности полупроводниковых и диэлектрических подложек методом частотного разделения // Дорохин М.В., Кузнецов Ю.М. // Практикум. – Нижегородский госуниверситет, Нижний Новгород. – 2018г. – 29с.
16. <http://twi.mpei.ac.ru/pvhb/>

**Измерение коэффициента теплопроводности методом
стационарного теплового потока**

Практикум

Дорохин Михаил Владимирович
Здоровейщев Антон Владимирович
Кузнецов Юрий Михайлович

«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»

Подписано в печать ... Формат 60x84 1/16. Бумага офсетная. Печать
офсетная. Гарнитура Таймс. Усл. печ. л. 3,0. Уч.-изд. л. 3,3. Заказ № Тираж
50 экз. Отпечатано в типографии Нижегородского госуниверситета им. Н.И.
Лобачевского 603600, г. Нижний Новгород, ул. Большая Покровская, 37
Лицензия ПД № 18-0099 от 14.05.01

Приложение 1

Интерфейс программного обеспечения управлением *TRM* и системой сбора данных *L-CARD* показан на рис. 1.

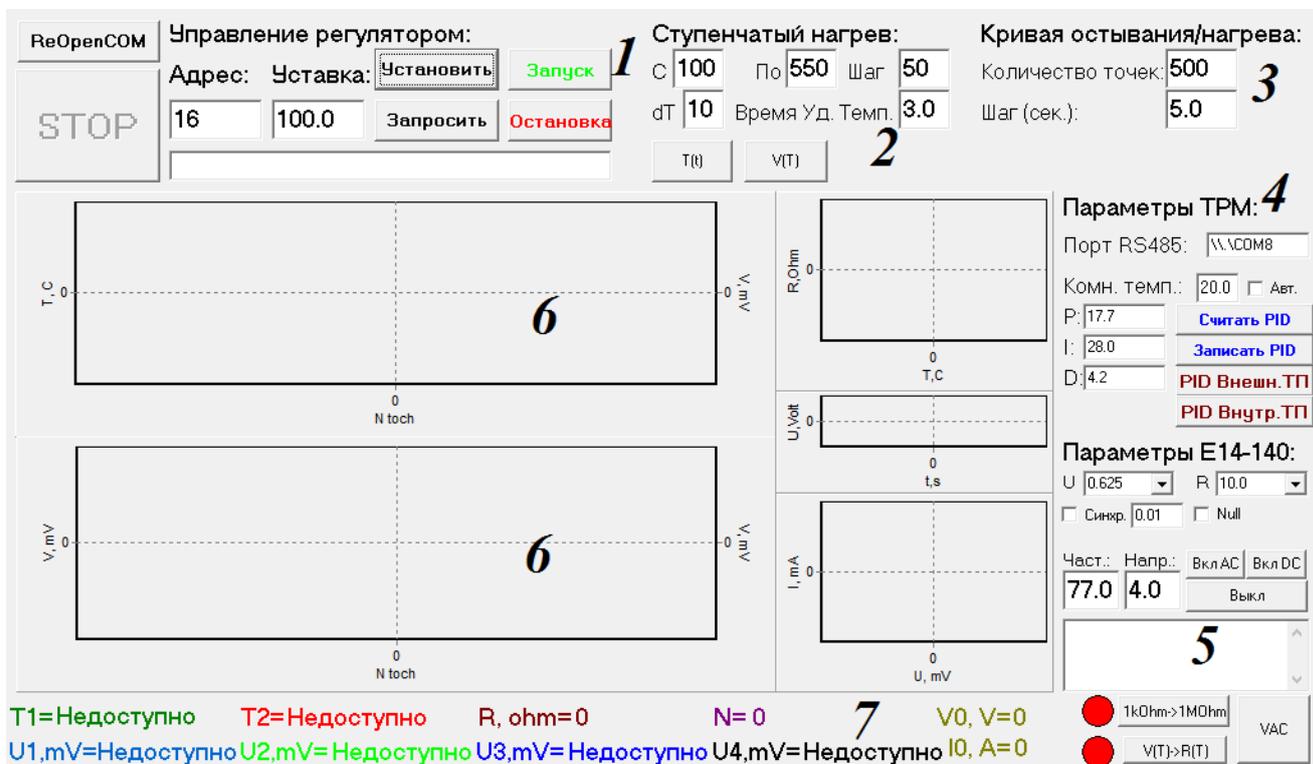


Рис. 1. Интерфейс программного обеспечения автоматизированного управления измерительного комплекса для измерения коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока;

Интерфейс программы состоит из 7 частей:

1. Управление нагревом столиков. В графе «адрес» указывается лампа (16 – правая, 20 - левая), в графе «установка» - значение температуры в градусах Цельсия. После ввода значений необходимо нажать на кнопку установить, что отобразится на лицевой панели соответствующего *TRM* – регулятора, нажатие кнопки запуск приведёт к началу разогрева и стабилизации температурной точки в соответствии с параметрами *PID*, которыми можно управлять в пункте 4 «Параметры ТРМ».

2. Управление температурным интервалом измерений, шаг и длительность измерений. Параметром *dT* можно регулировать разность температур между столиками (в методике СТП не используется).

3. Пункт «Кривая остывания» позволяет отрегулировать параметры регистрации данных при окончании эксперимента, чтобы отследить как система остывает.

4. «Параметры *TRM*» позволяют регулировать коэффициенты температурной стабилизации *PID*.

5. Строка общения с системой сбора данных *L-CARD*. В этом пункте отсутствуют регулировочные параметры.

6. Графическое отображение экспериментальных данных в режиме реального времени.

7. Показания термопар и температур столиков.

Порядок выполнения измерений коэффициента теплопроводности методом СТП с помощью данного программного обеспечения:

1. Нажать на кнопку «ReOpen», произойдёт соединение с приборами.

2. Установить параметры нагрева, шаг по температуре и время ожидания.

3. Нажать на кнопку «Запросить», убедиться, что значения отображаются правильно.

4. Нажать на кнопку «V(T)», произойдёт запуск измерений. Данные сохраняются автоматически в режиме реального времени в папку с программой.

Приложение 2

Важно: для работы программы необходимо всё содержимое папки перенести в директорию: c:\\Thermal\\

Интерфейс программы по расчёту коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока показан на рис. 2.

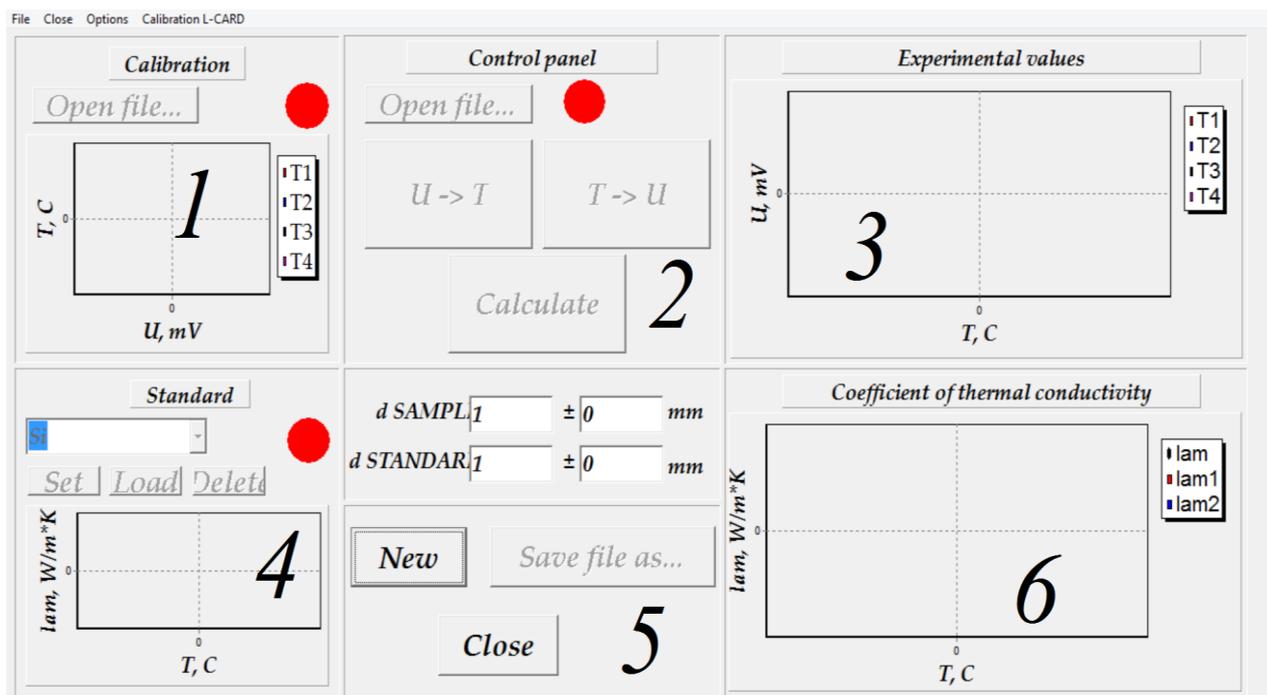


Рис. 2. Интерфейс программы для расчёта коэффициента теплопроводности методом стационарного теплового потока.

Интерфейс программы состоит из 6 областей и верхней панели управления:

1. Загрузка калибровочных характеристик термопар.
2. Загрузка данных результата эксперимента.
3. Графическое отображение экспериментально полученных в ходе эксперимента данных.
4. Выбор эталонных структур из списка имеющихся, загрузка температурных зависимостей коэффициента теплопроводности новых эталонных структур.
5. Область указания геометрических размеров эталонных структур и исследуемого образца.

6. Графическое отображение рассчитанной температурной зависимости коэффициента теплопроводности.

Рассмотрим алгоритм работы программы на примере расчёта температурной зависимости коэффициента теплопроводности кремниевой подложки марки КДБ-5000 <100>.

В момент открытия программы (или при нажатии кнопки «NEW») все кнопки заблокированы. Никаких действий в программе произвести нельзя пока не будет произведена загрузка калибровки системы сбора данных *L-CARD*. Это можно сделать, нажав на верхней панели управления вкладку «Calibration *L-CARD*». После нажатия данной вкладки появится дополнительное окно:

Calibration <i>L-CARD</i> : $U=a*x+b$					
<i>a1</i>	29630318	±	0.0014960	<i>b1</i>	-0.594088 ± 0.0129535 mV
<i>a2</i>	1.0191691	±	0.0008387	<i>b2</i>	-0.337783 ± 0.0071314 mV
<i>a3</i>	0.9888362	±	0.0009199	<i>b3</i>	-0.343660 ± 0.0080618 mV
<i>a4</i>	0.9970679	±	0.0009821	<i>b4</i>	-0.507011 ± 0.0085434 mV

Buttons: Open file ... Save and exit OK

Рис. 3. Окно ввода калибровочной характеристики системы сбора данных *L-CARD*.

В программе автоматически введена калибровка по умолчанию, клавишей «OK» можно принять данную калибровку, при нажатии «Open file...» загружается новая калибровка, если после загрузки нажать на кнопку «Save and exit» калибровка сохранится и будет загружаться при новом открытии программы, нажатие кнопки «OK» приведёт к тому, что при расчётах будет использоваться загруженная калибровка, но сохраняться она не будет и при следующем открытии программы

будет загружена предыдущая калибровочная характеристика. После загрузки калибровочной характеристики системы сбора данных *L-CARD*, интерфейс программы выглядит следующим образом:

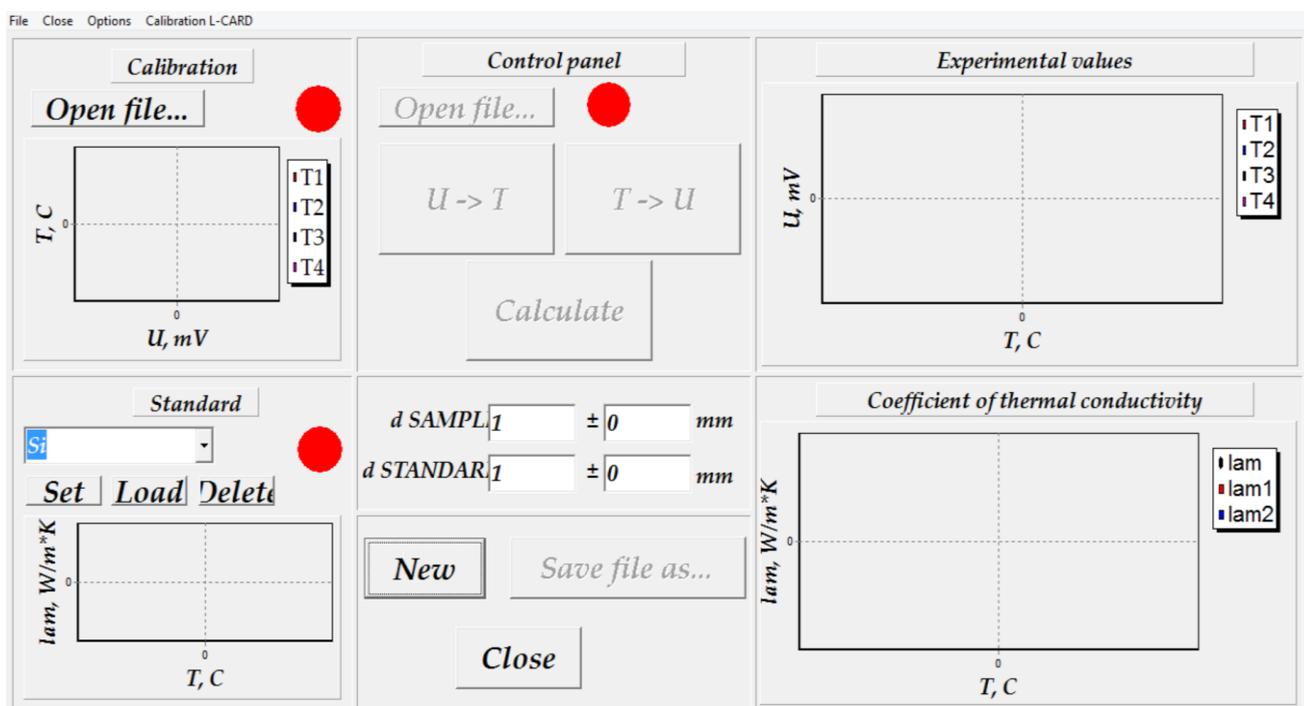


Рис. 4 – Интерфейс программы после загрузки калибровки системы сбора данных *L-CARD*.

Из рис. 4 видно, что теперь стали доступны кнопки загрузки калибровки термопар и выбора эталонных структур. Описанные выше два действия можно выполнить в любой последовательности, выполнение каждого действия приведёт к тому, что соответствующая лампочка-индикатор примет зелёный цвет. Однако загрузка экспериментальных данных будет доступна только при выборе эталонных структур.

Рассмотрим подробнее область *Standard*. В данном блоке в программе есть три кнопки и одна строка выбора. Выбор эталонной структуры осуществляется с помощью установки соответствующего эталона в строке выбора и нажатием кнопки *Set*. Чтобы загрузить новый эталон необходимо нажать на кнопку *Load* и в появившемся окне ввести любое название эталона. При следующей загрузке программы загруженный эталон будет в списке имеющихся эталонов и загружать его повторно не нужно. В случае, если температурная зависимость коэффициента теплопроводности какого-либо эталона больше не нужна, её можно удалить

нажатием кнопки *Delete*. Все числовые данные по коэффициенту теплопроводности загруженных эталонов хранятся в папке программы в файлах, названия которых совпадают с названием эталона. В случае удаления эталона соответствующий файл также будет удалён.

После загрузки всех описанных выше файлов интерфейс программы выглядит следующим образом:

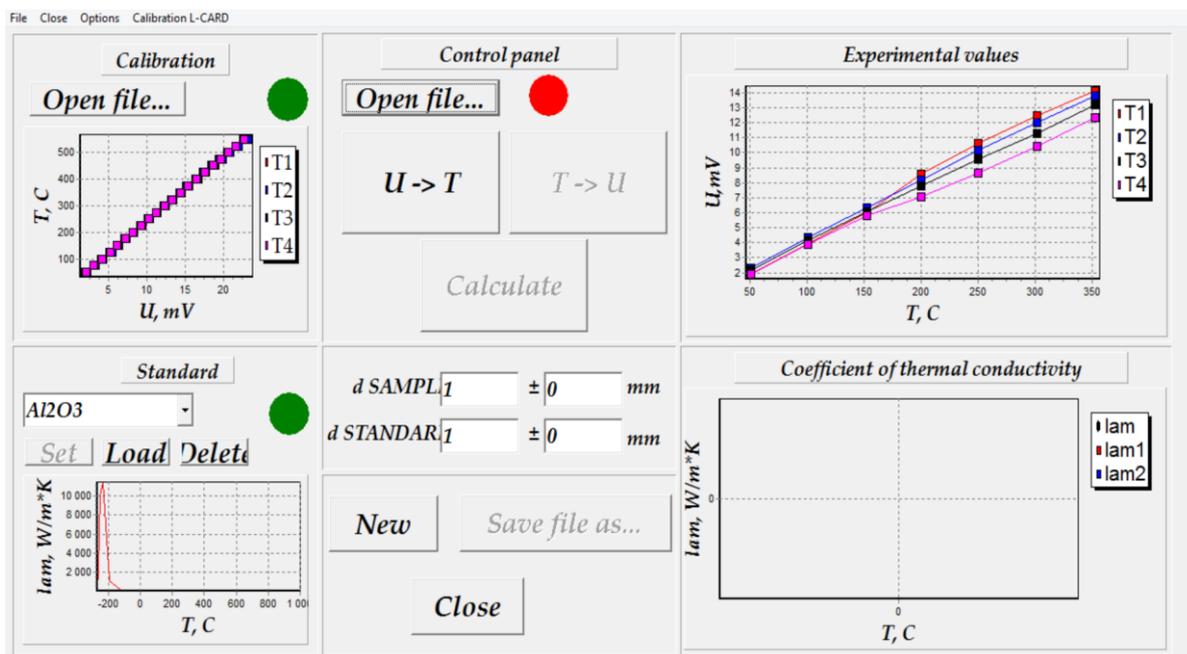


Рис. 5. Интерфейс программы после загрузки калибровочных характеристик термопар, эталона (загрузки) эталонных структур и загрузки экспериментально полученных (предварительно обработанных как показано в методике данного пособия) данных.

Кнопка расчёта коэффициента теплопроводности *Calculate* всё ещё не доступна, так как необходимо произвести пересчёт экспериментальных данных с мВ на градусы Цельсия с помощью загруженных ранее калибровочных характеристик термопар, путём нажатия на кнопку «U->T». После проведения этой процедуры последняя лампочка-индикатор примет зелёный цвет и станет доступна кнопка расчёта, нажав на которую на соответствующем графике появится рассчитанная температурная кривая коэффициента теплопроводности исследуемой структуры:

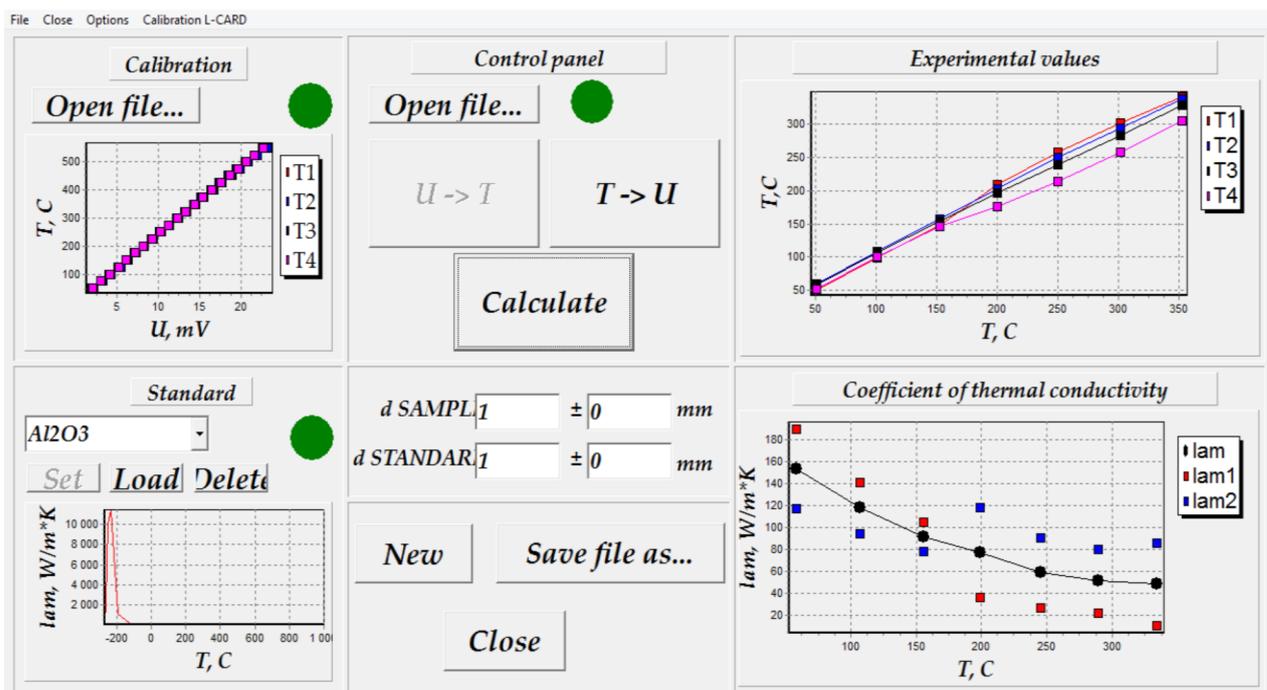


Рис. 6. Расчёт температурной зависимости коэффициента теплопроводности исследуемой структуры.

После проведённых расчётов можно сохранить полученные данные, нажав на кнопку Save file as..., после чего откроется диалоговое окно, в котором можно выбрать путь сохранения файла, расширение и название файла. Содержимое файла представляет выходные данные расчёта (дата, время, путь сохранения), а также таблицу с четырьмя столбцами, содержащие значения:

```
Date: 26.08.2018-23:04
Образец: C:\Термоэлектрики\Эксперименты\Образцы\SUB\КДБ-5000\Коэффициент теплопроводности\КДБ-5000_lam_FINISH
```

№	T, C	lam, W/m*K	d lam, W/m*K
1.00000000000000E+0000	5.87490569616641E+0001	1.53425454569477E+0002	7.25464766321281E+0001
2.00000000000000E+0000	1.07454565971894E+0002	1.18221851094799E+0002	4.63667042191790E+0001
3.00000000000000E+0000	1.55725927119984E+0002	9.18994674767784E+0001	2.66940508187295E+0001
4.00000000000000E+0000	1.99143459251284E+0002	7.74548593460705E+0001	8.19836859036059E+0001
5.00000000000000E+0000	2.44888520683274E+0002	5.91178002347592E+0001	6.41660104691487E+0001
6.00000000000000E+0000	2.88728990882331E+0002	5.15406006617805E+0001	5.78362023759136E+0001
7.00000000000000E+0000	3.33602399160562E+0002	4.84878051036708E+0001	7.52097868447492E+0001

Рис. 7. Структура файла, в котором сохраняются полученные в программе данные.

Файл содержит дату исследования, время сохранения и директорию. Данные сортируются в четыре столбца: 1 – номер точки, 2 – температура, 3 – коэффициент теплопроводности, 4 – погрешность коэффициента теплопроводности. Единицы измерения подписаны в заголовках. Все данные записаны в экспоненциальном виде.

Приложение 3

Таблица 1. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности кремния

T, °C	λ , Вт/м·К
27	148
77	119
127	99
227	76
327	62
427	51
527	42
627	36

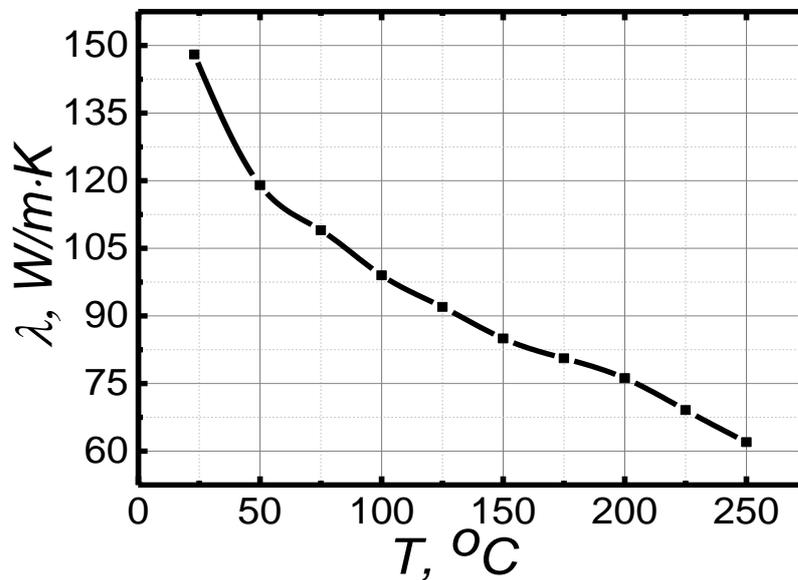


Таблица 2. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности германия

T, °C	λ , Вт/м·К
50	51,5
75	47,25
100	43
125	41
150	39
175	37
200	35
225	33
250	31

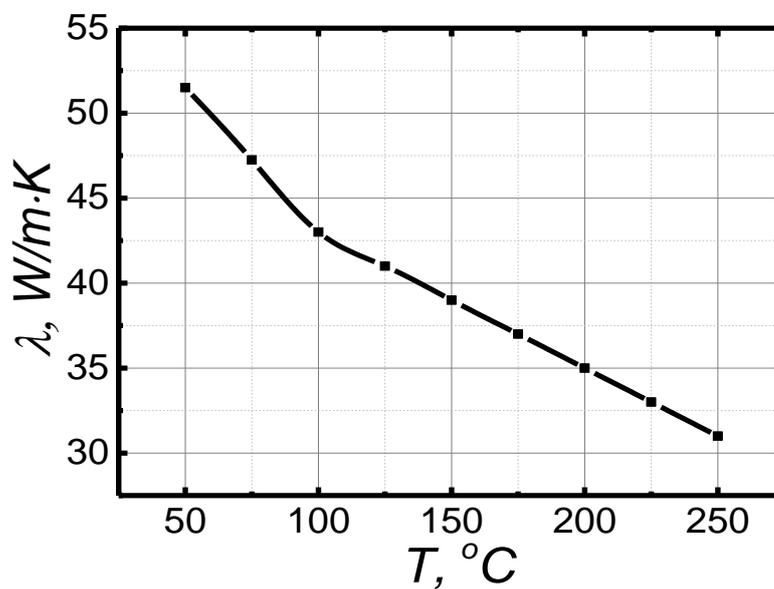


Таблица 3. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности арсенида галлия

T, °C	λ , Вт/м·К
27	57,70
77	41,08
102	35,66
127	31,55
152	28,44
177	26,08
202	24,29
227	22,94
252	21,92
277	21,14
302	20,55
327	20,11
352	19,77
377	19,52
402	19,27
427	19,02
452	18,77
477	18,52
502	18,27
527	18,02
552	17,77

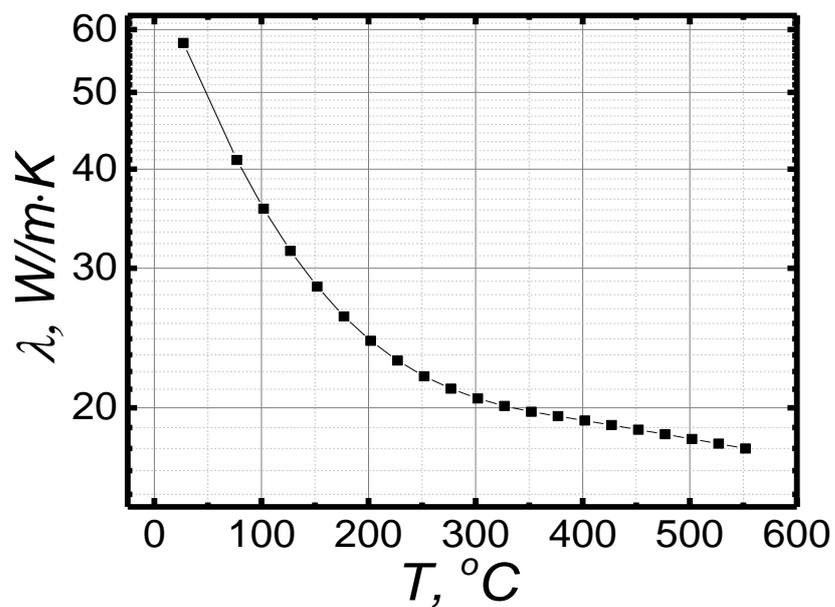


Таблица 4. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности антимонида индия

T, °C	λ , Вт/м·К
-272	44
-271	280
-269	950
-267	1600
-265	1850
-263	1700
-253	1000
-233	340
-213	165
-193	100
-173	70
-73	28
27	13,5
127	10,5
227	8
327	6,5
427	5
527	4,5

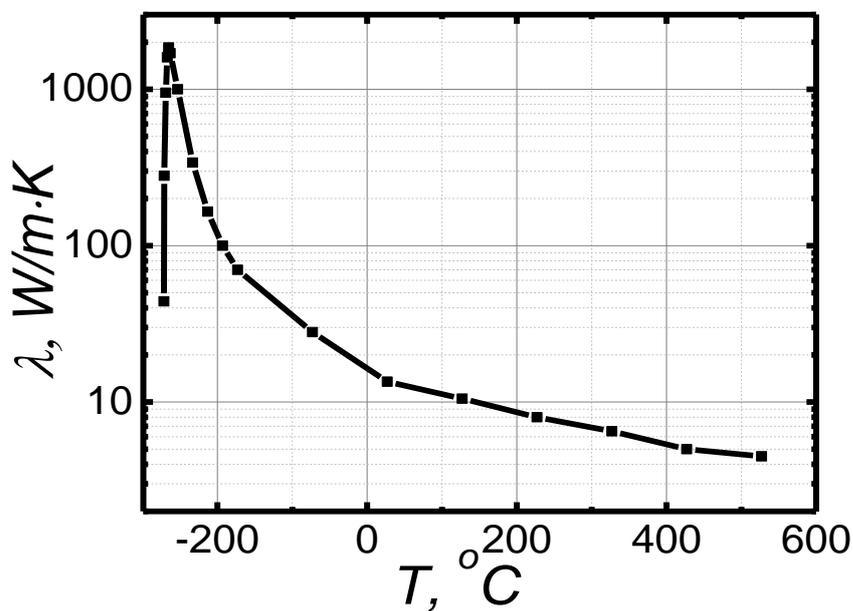


Таблица 5. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности сапфира

T, °C	λ , Вт/м·К
-269	125
-263	2300
-253	10000
-233	11500
-193	1100
-123	155
27	47
107	30
1007	6,2

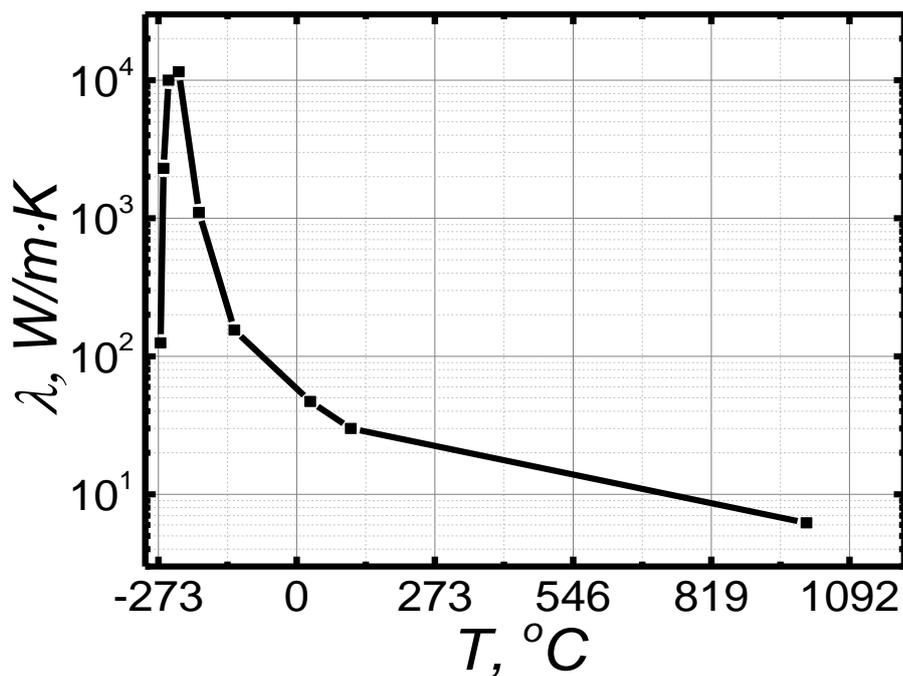


Таблица 6. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности кварцевого стекла

T, °C	λ , Вт/м·К
-269	0,13
-263	0,14
-253	0,16
-233	0,25
-193	0,52
-173	0,70
-113	0,96
27	1,36
227	1,63
527	1,81
827	1,98

