Mjerenje toplinske vodljivosti silicija 3-omega metodom

Ursa, Ivana

Master's thesis / Diplomski rad

2018

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Split, University of Split, Faculty of science / Sveučilište u Splitu, Prirodoslovno-matematički fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:166:051571

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Science

Sveučilište u Splitu
Prirodoslovno – matematički fakultet

MJERENJE TOPLINSKE VODLJIVOSTI SILICIJA 3 – OMEGA METODOM

Diplomski rad

Ivana Ursa

Split, Listopad 2018.

Temeljna dokumentacijska kartica

Sveučilište u Splitu
Prirodoslovno – matematički fakultet
Odjel za fiziku
Ruđera Boškovića 33, 21000 Split, Hrvatska

Diplomski rad

Mjerenje toplinske vodljivosti silicija 3 - omega metodom

Ivana Ursa

Sveučilišni diplomski studij Fizika, smjer Računarska fizika

Sažetak:
Cilj ovoga rada bio je uspostaviti tri-omega metodu za mjerenje toplinske vodljivosti te testirati metodu mjerenjem toplinske vodljivost silicija. U tu svrhu izradili smo eksperimentalni postav, što uključuje izradu Wheastoneovog mosta i grijača uzorka, postavili smo platinski termometar te napisali i testirali programe za mjerenje temperaturne ovisnosti otpora metalne trake i toplinske vodljivosti silicija. Izmjerili smo temperaturni koeficijent otpora metalne trake i frekventnu karakteristiku trećeg harmonika za dvije efektivne vrijednosti napona izvora od 0,75 i 0,5 V te na dvije temperature 26 ˚C i 47 ˚C. koju smo stabilizirali grijanjem pomoću grijača i strujnog izvora. Izmjerene vrijednosti koeficijenta toplinske vodljivosti uzorka silicija na sobnoj temperaturi za efektivnu vrijednost napona izvora od 0,5 V iznose oko 132 W/m·K, a za napon izvora od 0,75 V su nešto više i iznose oko 175 W/m·K te su u dobrom slaganju s vrijednostima iz literature. Na temperaturi od 47 ˚C toplinska vodljivost je nešto manja i iznosi oko 167 W/m·K, što je u skladu s očekivanjima jer toplinska vodljivost pada s povišenjem temperature.

Ključne riječi: toplinska vodljivost, temperaturni koeficijent otpora, 3 - omega metoda, lock – in pojačalo

Rad sadrži: 42, 43, 1, 17. Izvornik je na hrvatskom

Mentor: izv. prof. dr. sc. Ivica Aviani

Ocjenjivači: izv. prof. dr. sc. Ivica Aviani
prof. dr. sc. Paško Županović
prof. dr. sc. Ante Bilušić.

Rad prihvaćen: 05. 10.2018.
Rad je pohranjen u knjižnici Prirodoslovno – matematičkog fakulteta, Sveučilišta u Splitu.

Basic documentation card

University of Split
Faculty of Science
Department of Physics
Ruđera Boškovića 33, 21000 Split, Croatia

Master thesis

Measurement of Thermal Conductivity of Silicon by 3-Omega Method

Ivana Ursa

University graduate study programme Physics, orientation Computational Physics

Abstract:
The aim of this thesis was to establish the tri-omega method for measuring thermal conductivity as well as to test the method by measuring the thermal conductivity of the silicon. For that purpose the experimental setup, which includes the Wheatstone bridge and the sample heater with platinum thermometer, was constructed. The program for measurement the temperature dependence of the metal line resistance and the thermal conductivity of silicon was written and tested. We measured the temperature coefficient of the metal line resistance and the frequency characteristic of the third harmonic for the effective source voltages of 0.75 and 0.5 V, and for the temperatures of 26 ˚C and 47 ˚C. We found that the thermal conductivity of the silicon sample at room temperature, for effective source voltage 0.5 V, is about 132 W / m·K and for 0.75 V about 175 W / m·K. These values are in a good agreement with the literature. At 47 °C, the heat conductivity is smaller, about 167 W / m·K, as expected because the thermal conductivity decreases with temperature.

Keywords: Thermal conductivity, temperature coefficient of resistance, 3 - omega method, lock – in amplifier

Thesis consists of: 42, 43, 1, 17. Original language: Croatian

Supervisor: Asoc. Prof. Ivica Aviani

Reviewers: Asoc. Prof. Ivica Aviani
Prof. Dr. Paško Županović
Prof. Dr. Ante Bilušić

Thesis accepted: October 05, 2018.

Thesis is deposited in the library of the Faculty of Science, University of Split.

Hvala svim djelatnicima Prirodoslovno - matematičkog fakulteta u Splitu, posebice profesoru Ivici Avianiu na strpljenju i uzornom znanju i radu. Hvala mojoj obitelji i prijateljima, a najviše hvala Bogu! ☺

Sadržaj

1 UVOD 1

2 PRIJENOS TOPLINE 2

2.1 PROVOĐENJE TOPLINE 2
2.2 STRUJANJE TOPLINE 3
2.3 ZRAČENJE TOPLINE 3

3 METODE MJERENJA TOPLINSKE VODLJIVOSTI 4

3.1 STACIONARNE METODE 5
3.1.1 Apsolutna tehnika 5
3.1.2 Usporedna tehnika 6
3.1.3 Metoda radijalnog toplinskog toka 7
3.1.4 Metoda paralelnog vođenja topline 7
3.1.5 Mjerenje toplinske vodljivosti kroz ploču materijala 8
3.1.6 Mjerenje toplinske vodljivosti uzduž tankog filma 8
3.2 TRANZICIJSKE METODE 9
3.2.1 Metoda vrućeg diska (Transient plane source (TPS) method) 9
3.2.2 Metoda laserske bljeskalice (Laser flash method for thermal diffusivity) 9
3.2.3 Metoda vruće žice (Transient hot wire method) 10
3.2.4 Tehnika toplinske refleksije 10

4 TEORIJSKA OSNOVA TRI OMEGA METODE 12

5 CAHILLOVO RJEŠENJE 15

6 EKSPERIMENTALNI POSTAV 17

6.1 WHEASTONEOV MOST 20
6.2 UZORAK SILICIJ 20
6.3 LOCK – IN POJAČALO 21
6.3.1 Kako radi lock- in pojačalo 21
6.3.2 Upravljanje Lock-in pojačalom 22
Ulaz signala (Signal inputs) 22
Uskopojasno-nepropusni (notch) filteri 23
Osjetljivost 23
Rezerva 23
Vremenska konstanta 24
Koraci pri određivanju vremenske konstante 24
Zasloni ulaznih kanala CH1 i CH2 25
Referentni dio front panela 26

7 REZULTATI I RASPRAVA 27

8 ZAKLJUČAK 35

9 LITERATURA 36

1 Uvod

Okruženi smo mnogim elektroničkim napravama koje su sastavljane od raznih komponenti. Prije spajanja u strujni krug poželjno je poznavati njihova toplinska svojstva, kako bi, ovisno o njihovoj namjeni, mogli odabrati potrebni materijal - dobar toplinski vodič ili toplinski izolator. Toplinska svojstva materijala zanimljiva su i zbog činjenice što toplinu zagrijavanja komponenti možemo iskoristi za pretvorbu u električnu energiju. Ova ideja se koristi već nekoliko desetljeća, ali još nema široku primjenu, jer su materijali koji imaju dobru termoelektričnu efikasnost uglavnom ekološki neprihvatljivi ili jako skupi. Smatra se kako će se svjetska potrošnja energije 2035. godine povećati za jednu trećinu današnje te je stoga potrebno osigurati nove načine proizvodnje energije. Toplinska vodljivost jedno je od važnih svojstva materijala te ćemo je u ovom radu proučavati i mjeriti [1,2,3].

Toplinska vodljivost materijala je svojstvo prenošenja topline u materijalu procesom provođenja. Možemo je mjeriti pomoću tranzicijskih metoda, koje ne zahtjevaju stacionarno stanje sustava i stacionarnih metoda koje zahtjevaju stacionarno stanje sustava. Najpopularnije metode su stacionarna metoda zaokružene vruće ploče te tranzicijske metode: metoda vruće žice, metoda toplinske reflektivnosti te 3 - omega metoda. U ovom radu smo koristili 3 – omega metodu [1].

Tri omega metodu osmislio je David Cahill 1987 godine [4]. Kako bi izmjerili toplinsku vodljivost uzorka, potrebna nam je mala metalna zlatna traka koja se postavi na uzorak. Kroz metalnu traku puštamo struju. Prolaskom struje traka se zagrijava te toplinu prenosi na uzorak. Pokazat ćemo da se u maloj metalnoj traci stvara treći harmonik napona te kako, mjereći njegovu promjenu s frekvencijom, možemo odrediti toplinsku vodljivost materijala na kojem se nalazi [1]. U radu ćemo mjeriti toplinsku vodljivost silicija.

Silicij je uočio Antoine Lavoisier 1787. godine. Silicij se nalazi u elektroničkim kompontama mnogih uređaja. Među najzastupljenijim elementima je na Zemlji, a kako je dosta dobro istražen, dobar je i za testiranje 3 - omega metode[5].

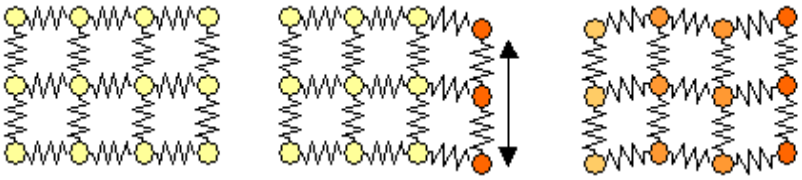
Cilj ovog rada je uspostavljanje 3 - omega metode za mjerenje toplinske vodljivosti, mjerenjem toplinske vodljivosti silicija, koja bi se kasnije mogla koristi za istraživanje drugih materijala. U radu ćemo kratko opisati osnovne koncepte prijenosa topline, što je to toplinska vodljivost, zatim različite načine mjerenja toplinske vodljivosti preko stacionarnih i tranzicijskih metoda te na kraju detaljno obraditi 3 - omega metodu, kako teorijski tako eksperimentalno. Na kraju ćemo diskutirati koliko je bila uspješna implementacija.

2 Prijenos topline

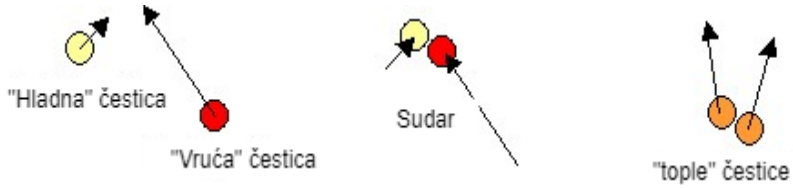
Toplina je energija koja se prenosi s jednog tijela na drugo zbog razlike u njihovim temperaturama. Može se prenositi kroz krutine, fluide i kroz prazan prostor. Postoje tri različita načina prijenosa topline: provođenjem, strujanjem te zračenjem [6].

2.1 Provođenje topline

Provođenje topline je prijenos topline kod čvrstih tijela i stacionarnih fluida zbog postojanja temperaturnog gradijenta. Kod čvrstih tijela provođenje topline se odvija titranjem atoma (fononima) te gibanjem slobodnih elektrona. Kod plinova toplinsko vođenje se odvija sudarima molekula koje se slobodno gibaju[1,7].



Slika 2.1. *Titranje rešetke. (slika preuzeta iz literature http://emerald.tufts.edu/ [7])*

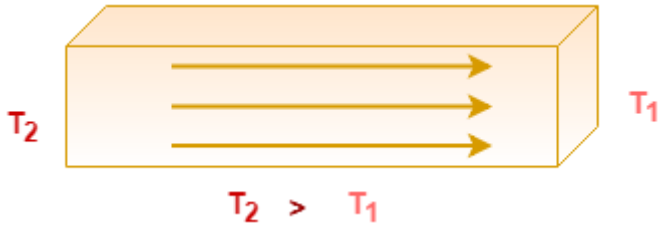


Slika 2.2*. Sudar čestica. (slika preuzeta iz literature http://emerald.tufts.edu/ [7])*

Provođenje topline je opisano Fourierovim zakonom:

$$q_W = \frac{dQ}{dt} = -kA\frac{dT}{dx}, \tag{2.1}$$

gdje je q_W [W] brzina prijenosa topline, Q [J] toplina, k [W/mK] toplinska vodljivost, A [m^2] površina presjeka materijala koja je okomita na tok topline [1].



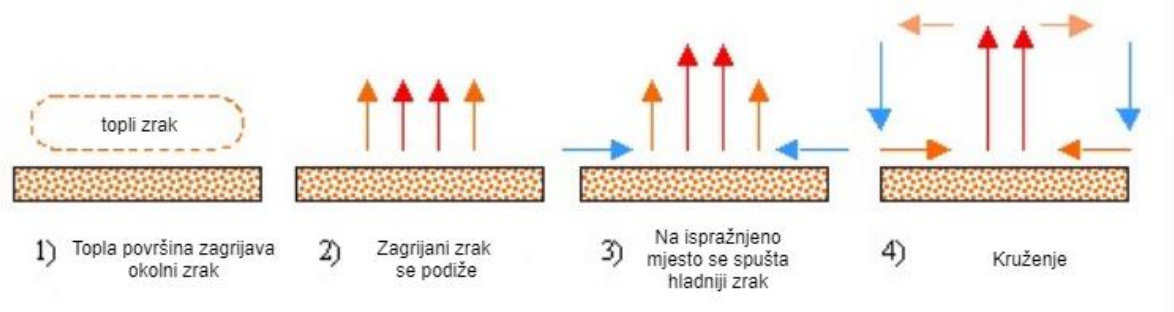
Slika 2.3. *Provođenje topline (po uzoru na literaturu [1])*

Toplinska vodljivost je veličina kojom opisujemo sposobnost prenošenja topline materijalom procesom provođenja topline, a definirana je kao količina topline koja u jedinici vremena prolazi kroz kvadratni metar materijala, suprotno smjeru temperaturnog gradijenta. Vrijednosti

toplinske vodljivosti se kreću od ~0,015/W/m·K kod aerogela do 3000W/m·K kod jednoslojnih grafena. Toplinska vodljivost materijala sastoji se od fononskog doprinosa i doprinosa slobodnih elektrona[1,9].

2.2 Strujanje topline

Strujanje topline se odnosi na prijenos topline u plinovima i tekućinama. Razlikujemo prirodno i prisilno strujanje topline. Prirodno strujanje označuje spontano gibanje zagrijanog, primjerice fluida koji se podiže u odnosu na zagrijanu plohu, a zamjenjuje ga hladniji fluid veće gustoće (slika 2.4). Kod prisilnog strujanja fluid pomiče neki vanjski čimbenik, npr. vjetar [1,7].



Slika 2.4. *Na slici je prikazano strujanje zraka (slika preuzeta iz literature http://emerald.tufts.edu/ [7]).*

Efikasnost toplinskog strujanja s neke zagrijane površine možemo izračunati pomoću izraza:

$$q_W = hA(T - T_0), \tag{2.2}$$

gdje je q_W[W]- brzina prijenosa topline, h[W/m^{2}K] – koeficijent prijenosa topline toplinskim strujanjem, $A[m^2]$ – izložena površina, T[K] – temperatura objekta na površini, T_0[K] – temperatura okolnog fluida[1,7].

2.3 Zračenje topline

Zračenje topline je prijenos topline elektromagnetskim valovima. Energiju zračenja opisujemo Stefan – Boltzmannovim zakonom:

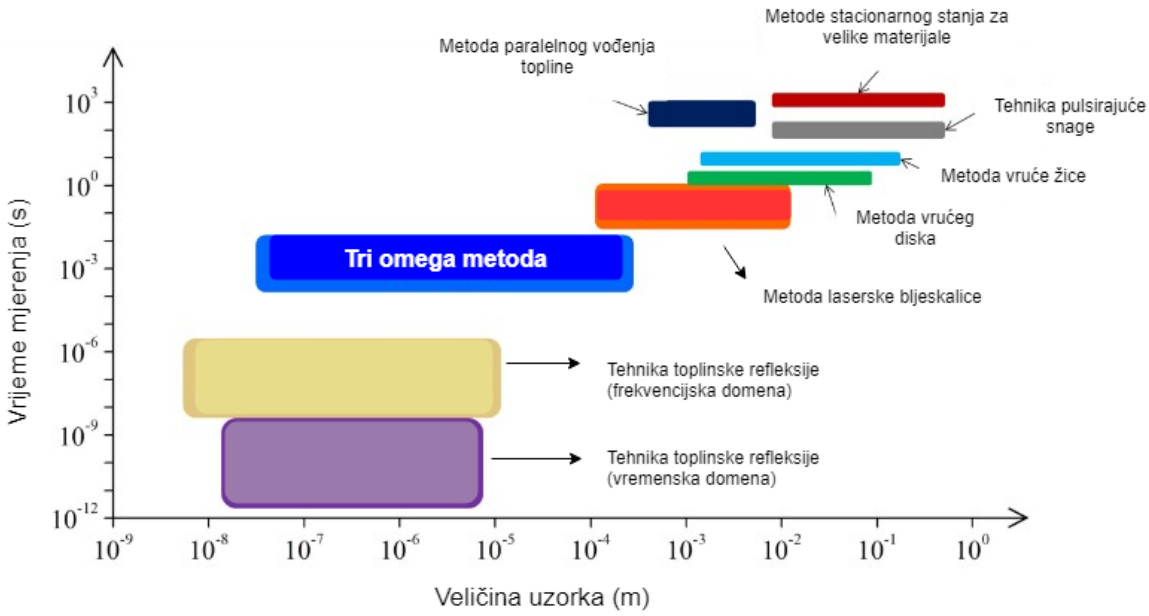
$$q_W = A\varepsilon\sigma T^4, \tag{2.3}$$

gdje je $q_W[W]$ - brzina prijenosa topline, $A[m^2]$ - površina tijela, σ = 5.6704·10^{-8} J/sm^{2}K^4 – Stefan – Boltzmannova konstanta, ε – površinska emisivnost[7].

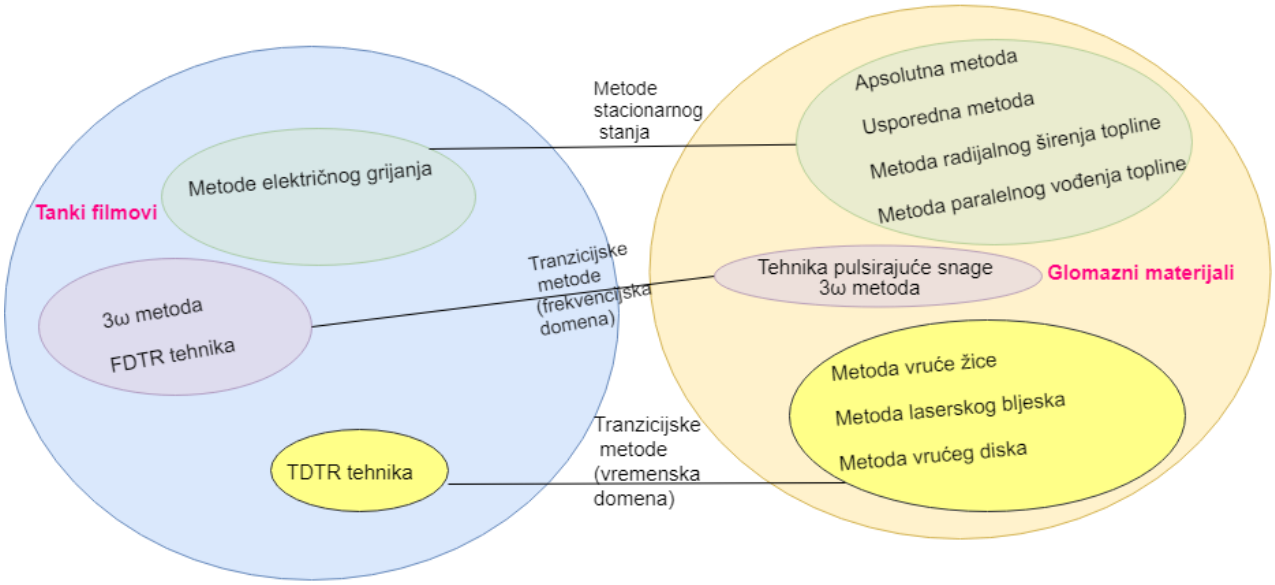
3 Metode mjerenja toplinske vodljivosti

Toplinsku vodljivost materijala možemo mjeriti na više načina. Ukratko ćemo predstaviti pojedine metode te njihove prednosti i mane. Razlikujemo stacionarne i tranzicijske metode. Glavna razlika između ove dvije grupe metoda je trajanje mjerenja. Većina metoda zahtjeva kontakt uzorka s grijačem, dok neke metode za zagrijavanje uzorka koriste laser. Metode možemo podijeliti još i po debljini materijala koje mjerimo te geometriji uzorka. Obradit ćemo metode za glomazne materijale i tanke filmove [9].

***Slika 3.1**. Uzorke razlikujemo po njihovoj debljini. (po uzoru na literaturu https://xpssimplified.com/ [10])*



***Slika 3.2**. Metode za mjerenje toplinske vodljivosti materijala prikazane su po vremenu trajanja mjerenja u odnosu na veličinu (debljinu) uzorka. (slika je prevedena iz literature [9])*



Slika 3.3. *Raspodjela metoda po veličini uzorka te po vrstama metode(stacionarne metode, tranzicijske metode (frekvencijska i vremenska domena)). (slika napravljena prema tablici iz literature[9])*

3.1 Stacionarne metode

Stacionarne metode zahtijevaju stacionarno stanje sustava. To znači da u sustavu treba uspostaviti stalnu razliku temperature da bi se izmjerio koeficijent toplinske vodljivosti materijala. Materijali ovisno o metodi su oblika ploče ili cilindra te su najčešće postavljeni između grijača i hladnjaka [1,9].

3.1.1Apsolutna metoda

Apsolutna metoda sastoji se od uzorka u obliku ploče ili cilindra koji su postavljeni između grijača i hladnjaka. Na početku i na kraju uzorka postavljeni su mjerna osjetila za odrediti temperaturu. U trenutku kada je sustav stabilan računamo toplinsku vodljivost pomoću izraza:

$$k = \frac{QL}{A\Delta T}, \tag{3.1}$$

gdje je Q[J] označuje toplinu koja prolazi kroz uzorak, L[m] duljinu uzorka paralelnu s tokom topline, A[m^2] površina presjeka uzorka okomita na tok topline, ΔT[K] razliku temperatura.

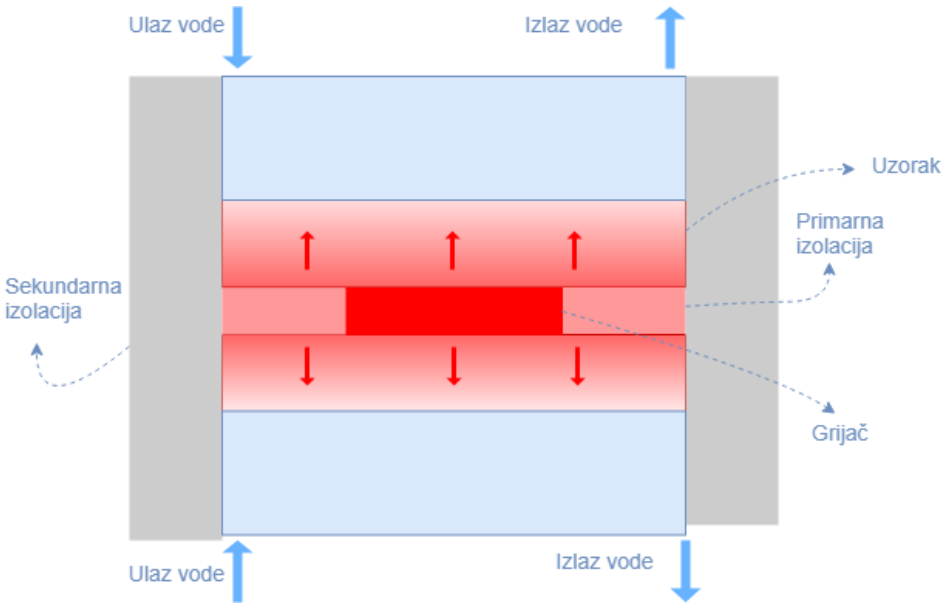
Toplinu Q računamo relacijom:

$$Q = p - Q_{gubitak}, \tag{3.2}$$

gdje je p primijenjena snaga, $Q_{gubitak}$ topline zbog toplinskog strujanja, toplinskog zračenje te provođenja topline prema okolini. $Q_{gubitak}$ mora biti manji od 2% od topline Q koja prolazi kroz uzorak. Najčešća izvedba ove tehnike je zaokružena vruća ploča [9].

Metoda Zaokružene vruće ploče (Guarded hot plate method) zahtjeva dva uzorka istih dimenzija u obliku ploče. Eksperimentalni dizajn metode izgleda kao na slici 3.4. gdje je grijač

smješten u sredinu, a s gornje i donje strane grijača su postavljeni ploča uzorka te posuda s vodom. Toplina se širi od grijača prema posudi s vodom. Kako bi osigurali prijenos topline s gornje i donje plohe uzorka okomit oko grijača s lijeve i desne strane je stavljena izolacija te još jedna dodatna vanjska izolacija oko cijelog sustava. U uzorku su postavljeni termočlanci. Nakon što je raspodjela temperatura po uzorku stabilna možemo očitati temperature te pomoću Fourierovog zakona izračunati toplinsku vodljivost [1].



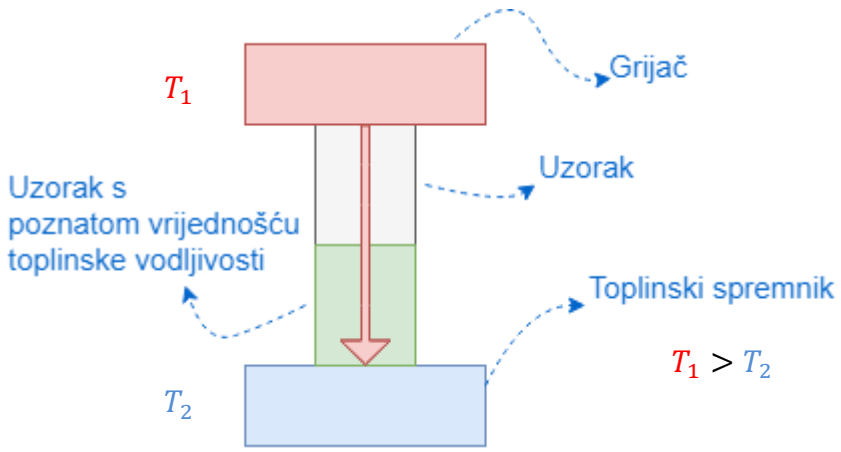
***Slika 3.4**. Postav metode zaokružene vruće ploče. (slika je napravljena po uzoru na literaturu [1])*

3.1.2 Usporedna metoda

Usporedna metoda slična je apsolutnoj. Sastoji se od dva uzorka, gdje je jedan uzorak poznatog koeficijenta toplinske vodljivosti. Uzorci su postavljeni između grijača i hladila kao na slici 3.5. Termometri su postavljeni na dva suprotna kraja oba uzorka. Nakon što se sustav uravnoteži možemo izmjeriti koeficijent toplinske vodljivosti pomoću relacije:

$$k_1 = k_2 \frac{A_2 \Delta T_2 L_1}{A_1 \Delta T_1 L_2}, \tag{3.3}$$

gdje je k_1 koeficijent toplinske vodljivosti uzorka kojeg mjerimo, k_2 koeficijent toplinske vodljivosti uzorka kojeg poznajemo, L_1 [m] i L_2[m] duljine uzoraka, A_1 [m^2] i A_1 [m^2] površina presjeka uzoraka okomitih na tok topline, ΔT_1 i ΔT_2 [K] razlika temperatura između točaka mjernih osjetila [9].



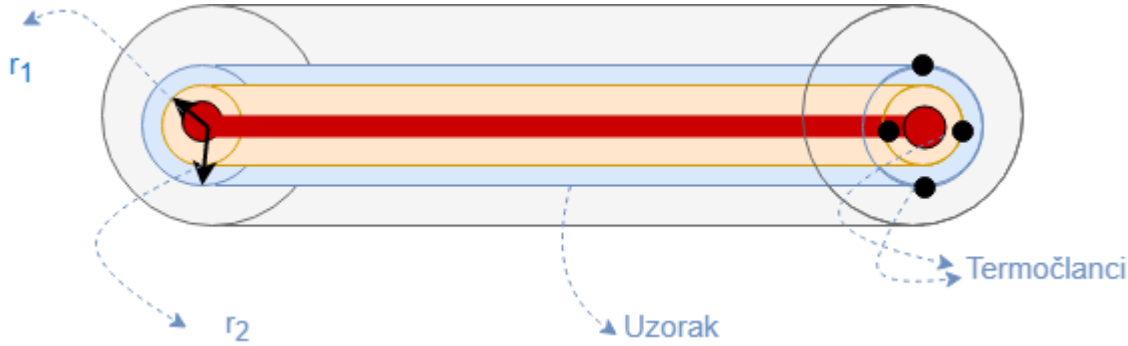
Slika 3.5. *Postav usporedne metode. (slika napravljena po uzoru na literaturu [9])*

3.1.3 Metoda radijalnog toplinskog toka

Dizajn metode možemo vidjeti na slici 3.6. Postav se sastoji od četiri cilindra. Središnji ima funkciju grijača. Oko njega se nalaze cilindri radijusa r_1 i r_2 gdje su postavljeni termočlanci. Zadnji cilindar služi kao izolacija. Kako bi smanjili utjecaj širenje topline s baza grijača, radijus grijača biti puno manji u odnosu na visinu grijača. Ovim smo osigurali radijalno širenje topline. U trenutku kada je temperatura stabilna na termočlancima očitamo rezultate te izračunamo toplinsku vodljivost koristeći formulu [1]:

$$q_W = -kA\frac{dT}{dx} = -k(2\pi rL)\frac{dT}{dr} \tag{3.4}$$

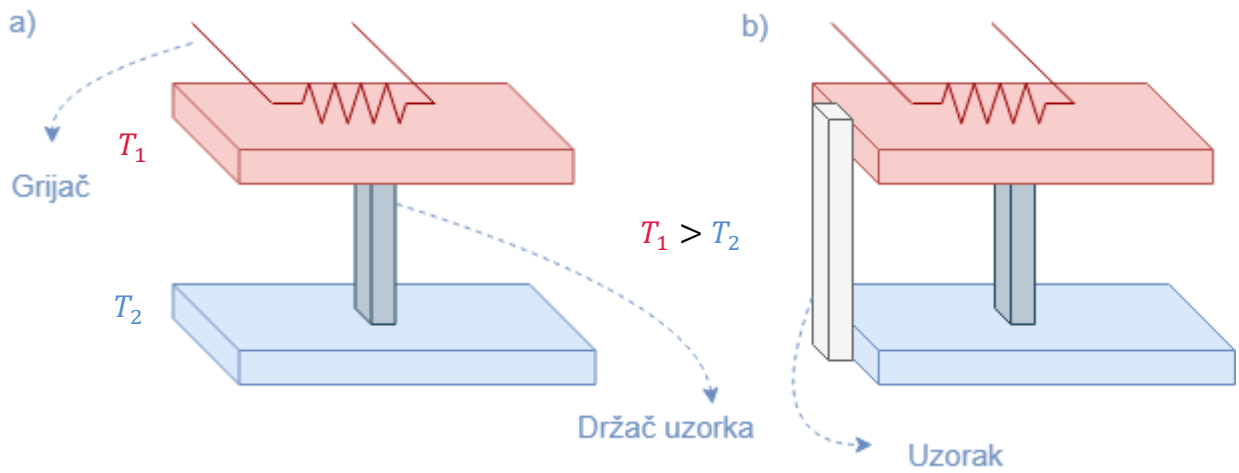
$$k = \frac{q_W ln(\frac{r_2}{r_1})}{2\pi L(T_2 - T_1)} \tag{3.5}$$



Slika 3.6. *Postav metode radijalnog toplinskog toka. (slika napravljena po uzoru na literaturu[1])*

3.1.4 Metoda paralelnog vođenja topline

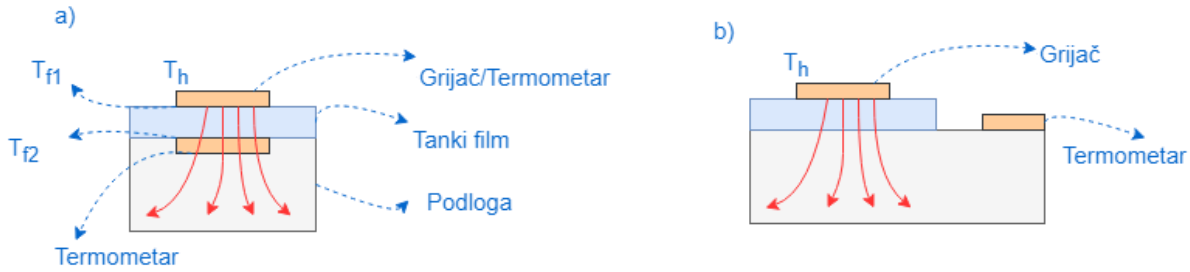
Ova metoda osmišljena je za uzorke malih dimenzija (na milimetarskoj skali) na koje teško postaviti termočlanke i grijače. Postupak mjerenja se sastoji od dva koraka. U prvom koraku izmjeri se svojstva sustava bez uzorka a u drugom zajedno s paralelno spojenim uzorkom te se napravi usporedba[11].



Slika 3.7. *a) Sustav bez uzorka b) sustav s uzorkom (slika napravljena po uzoru na literaturu[11])*

3.1.5 Mjerenje toplinske vodljivosti kroz ploču materijala

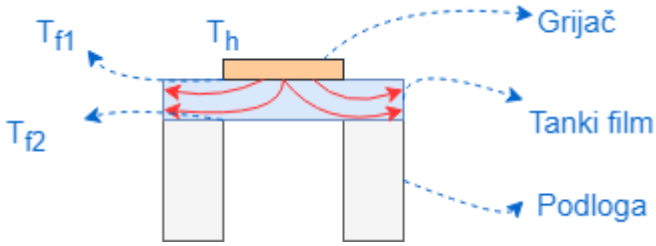
Metoda se primjenjuje kod tankih filmova. Na tanki film je postavljen grijač žica visokog temperaturnog koeficijenta otpora kroz koju se pušta istosmjerna struja. Temperaturu grijača T_h uzimamo kao temperaturu T_{f1} na vrhu tankog filma. Temperaturu T_{f2} na dnu tankog filma mjerimo na dva načina: postavljajući termometar na dno tankog filma u sklopu podloge (slika 3-8 a)) ili na podlogu na nekoj udaljenosti od tankog filma (slika 3.8. b)) [9].



Slika 3.8. *Postav metode mjerenja toplinske vodljivosti kroz ploču materijala a) termometar postavljen na dno tankog filma b) termometar postavljen u blizini uzorka. (slika napravljena po uzoru na literaturu [9])*

3.1.6 Mjerenje toplinske vodljivosti uzduž tankog filma

Metoda se sastoji od grijača koji je postavljen na tanki film. Tanki film je postavljen na podlogu. Podloga ne obuhvaća čitavu površinu tankog filma kako bi spriječili gubitak topline kroz podlogu. Za određivanje toplinske vodljivosti tankog filma moramo obaviti dva mjerenja. Oba mjerenja imaju iste uvjete, jedina razlika mora biti u duljini tankog filma [9].



Slika 3.9. *Postav metode mjerenja toplinske vodljivosti uzduž tankog filma. (slika napravljena po uzoru na literaturu [9])*

3.2 Tranzicijske metode

Tranzicijske metode ne zahtjevaju stacionarno stanje sustava te su jednostavnije u dizajnu i puno brže u odnosu na stacionarne metode [1].

3.2.1 Metoda vrućeg diska (*Transient plane source (TPS) method*)

U ovoj metodi grijač je obliku diska ili trake koji se zagrijava puštanjem struje. Grijač je smješten između dva tanka sloja uzorka, a ostale površine uzorka su izolirane. Temperatura na grijaču će se različito povećavati za različite uzorke. Za određivanje toplinske vodljivosti mjerimo vremensku promjenu temperature na grijaču. Prolagođavanjem izmjerene temperaturne promjene na grijaču izrazu 3.7 određujemo toplinsku vodljivost k.

$$\Delta T(\phi) = \frac{Q}{\pi^{1.5} r k} D(\phi) \tag{3.7}$$

gdje je ϕ

$$\phi = \sqrt{\frac{t\alpha}{r^2}}, \tag{3.8}$$

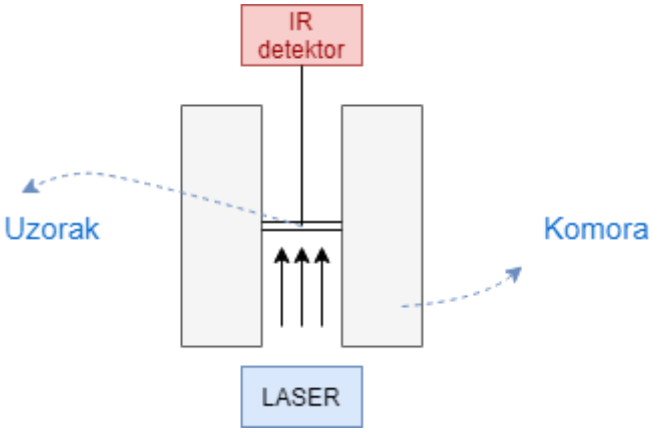
gdje je r[m] je radijus mjernog osjetila, $D(\phi)$ [bez dimenzionalna veličina] je teorijski izraz koji opisuje rast toplinske vodljivosti kroz vrijeme [9].

3.2.2 Metoda laserske bljeskalice (*Laser flash method for thermal diffusivity)*

Eksperimentalni postav metode zahtjeva komoru u kojoj se smješta uzorak. Jedna površina uzorka se grije laserom a promjene temperature na suprotnoj površini uzorka se detektira IR detektorom. Bilježenjem promjena temperature na zadnjoj strani može se odrediti toplinska difuznost. Koeficijent toplinske vodljivosti zatim računamo pomoću izraza:

$$k = \alpha \rho C_p, \tag{3.9}$$

gdje α označuje toplinsku difuznost, ρ gustoću uzorka, $C_p$specifični toplinski kapacitet uzorka[9].



Slika 3.10. *Eskperimentalni postav metode laserske bljeskalice. (slika napravljena po uzoru na literaturu [9])*

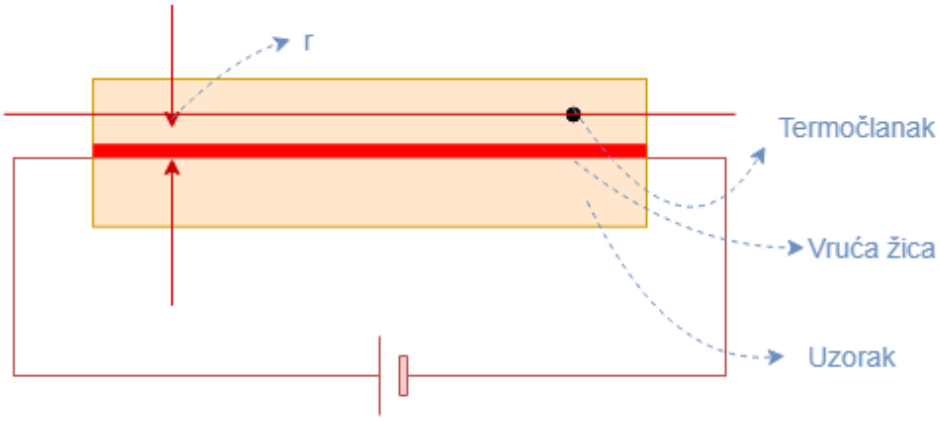
3.2.3 Metoda vruće žice (*Transient hot wire method*)

Metoda se sastoji od uzorka u koji je ugrađena metalna linija koja se prolaskom struje zagrijava te prenosi toplinu na uzorak. U uzorku su postavljeni termočlanci. Na nekoj udaljenost r mjerimo promjenu temperature u vremenu. Crtamo graf $\Delta T(r,t)$ u odnosu na $\ln(\frac{4t\alpha}{r^2 C})$. Iz grafa očitamo nagib krivulje te pomoću relacije 3.11 možemo izračunati toplinsku vodljivost materijala[1].

$$\Delta T(r,t) = \frac{q_W}{4\pi k}\ln(\frac{4t\alpha}{r^2 C}) \tag{3.10}$$

gdje je

$$k = \frac{q_W}{4\pi s} \tag{3.11}$$

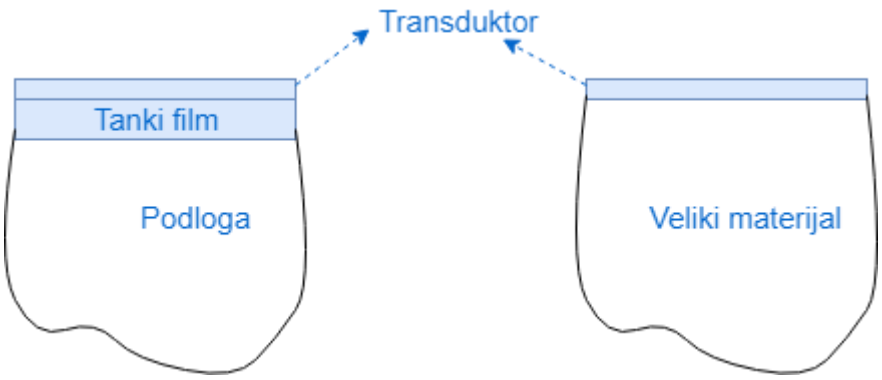


Slika 3 .11. *Postav metode vruće žice. (slika napravljena po uzoru na literaturu [1])*

3.2.4 Tehnika toplinske refleksije

Metoda se primjenjuje na tankim filmovima i na većim uzorcima. Uzorak kojem želimo mjeriti toplinsku vodljivost mora na sebi imati sloj nekog metala (transduktor). Uzorak se

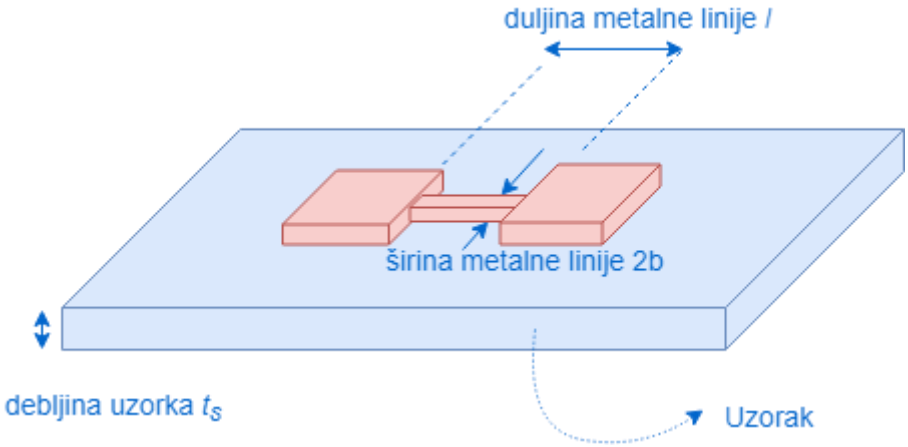
zagrijava laserskim pulsom. Metalni sloj na uzorku mijenja refleksivnost s promjenom temperature. Mjereći refleksivnost možemo izračunati toplinsku vodljivost materijala. Refleksivnost se detektira sondom [1,9].



Slika 3.12. *Slika prikazuje kako se transduktor stavlja na tanki film a kako na veliki materijal. (slika napravljena po uzoru na literaturu[9])*

4 Teorijska osnova tri omega metode

Tri omega metoda pripada grupi tranzicijskih metoda. Na uzorak se postavi metalna traka duljine l i širine $2b$ s električnim kontaktima preko kojih je povezujemo u strujni krug (slika 4.1). Kroz nju se pušta izmjenična struja kutne frekvencije ω. Prolaskom struje žica se zagrijava. Temperaturne oscilacije u žici imaju kutnu frekvenciju 2ω pa se istom frekvencijom mijenja i temperaturno ovisan otpor. Zbog struje kutne frekvencije ω i otpora kutne frekvencije 2ω u žici se stvara treći harmonik napona frekvencije 3ω koji će nam poslužiti za određivanje toplinske provodljivosti uzorka [1, 9].



Slika 4.1. *Slika prikazuje postav metalne trake na uzorak. (slika napravljena po uzoru na literaturu [1])*

Metalna traka mijenja otpor s temperaturom prema relaciji

$$R_h = R_0(1 + \beta_h \Delta T), \tag{4.1}$$

gdje je $R[\Omega]$ otpor metalne trake na nekoj temperaturi, $R_0[\Omega]$ je otpor metalne trake na sobnoj temperaturi $T_0[K]$, $\beta_h[K^{-1}]$ je temperaturni koeficijent otpora.

Kroz kontakte na metalnoj liniji puštamo izmjeničnu struju

$$I(t) = I_0 cos(\omega t). \tag{4.2}$$

Prolaskom struje snaga metalne žice iznosi

$$P(t) = R_0 I_0^2 cos^2(\omega t) = \frac{1}{2} R_0 I_0^2 + \frac{1}{2} R_0 I_0^2 cos(2\omega t) = P_{DC} + P_{AC}. \tag{4.3}$$

Temperaturne oscilacije koje se stvaraju na žici su frekvencije 2ω

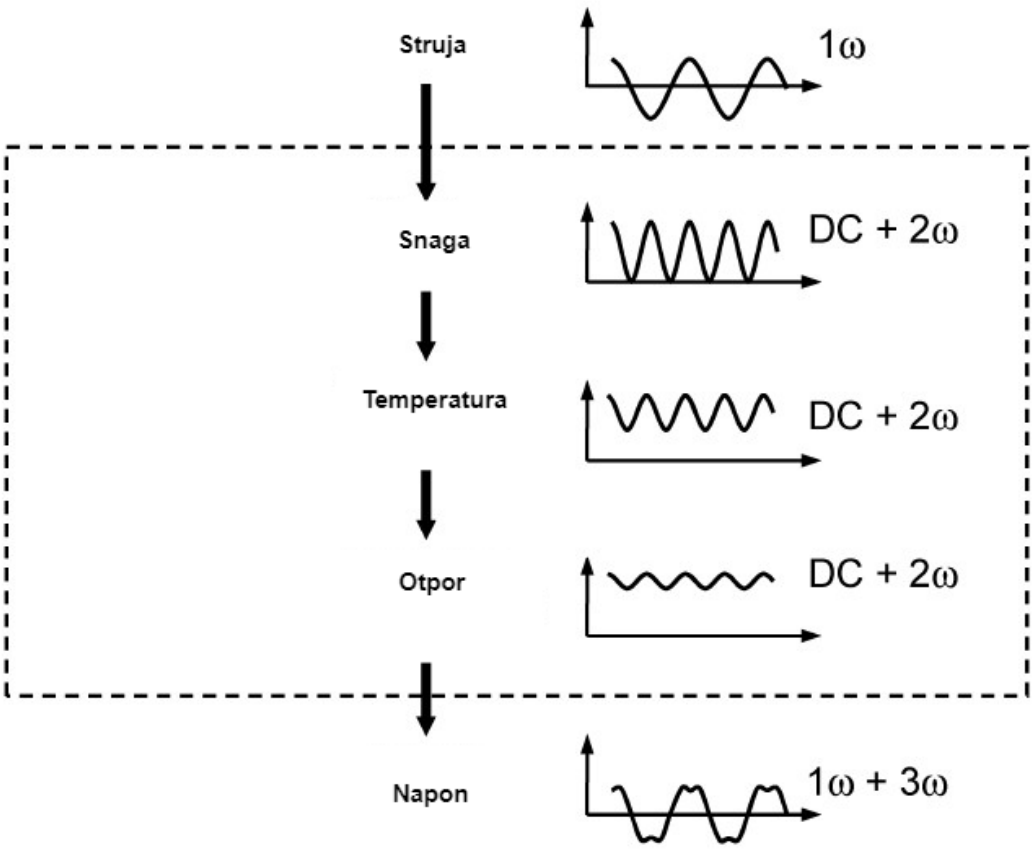
$$\Delta T = \Delta T_{DC} + \Delta T_{AC} = \Delta T_{DC} + |\Delta T_{AC}| cos(2\omega t + \varphi), \tag{4.4}$$

gdje je ΔT je promjena temperature, ΔT_{DC} promjena temperature zbog P_{DC} komponente, ΔT_{aC} promjena temperature zbog P_{AC} komponente P_{DC} komponente. Relaciju 4.1. možemo sada napisati kao

$$R_h(t) = R_0(1 + \beta_h \Delta T_{DC} + \beta_h |\Delta T_{AC}| \cos(2\,\omega t + \varphi). \tag{4.5}$$

Zbog struje kutne frekvencije ω i otpora kutne frekvencije 2ω napon na krajevima žice je

$$\mathrm{U}(t) = I_0 R_0 \left[(1 + \beta_h \Delta T_{DC})\, cos(\,\omega t) + \frac{1}{2}\beta_h |\Delta T_{AC}|\, cos(\,\omega t + \varphi) + \frac{1}{2}\beta_h |\Delta T_{AC}|\, cos(\,3\omega t + \varphi) \right]. \tag{4.6}$$



Slika 4.2. *Proces stvaranja trećeg harmonika u metalnoj traci. (slika prevedena iz literature [12])*

Napon se sastoji od tri člana. Kako bi izvukli ΔT_{AC} koristit ćemo se zadnjim članom jer prvi nema ΔT_{AC} komponentu, a drugi ima istu kutnu frekvenciju kao i pobuda pa ga je teško izdvojiti. Treći harmonik napona je prema jednadžbi (4.6)

$$U_{3\omega} = \frac{1}{2} V_0 \beta_h |\Delta T_{AC}|\, cos(\,3\omega t + \varphi). \tag{4.7}$$

gdje je amplituda napona

$$U_{\mathrm{A}3\omega} = \frac{1}{2} V_0 \beta_h |\Delta T_{AC}| \tag{4.8}$$

a faza φ. Izmjenični napon možemo napisati kao zbroj komponente u fazi (realni dio) i komponente izvan faze (imaginarni dio)

$$U_{3\omega} = U_{3\omega\, u\, fazi} + iU_{3\omega\, izvan\, faze}, \tag{4.9}$$

gdje je amplituda napona[13]:

$$U_{\mathrm{A}3\omega} = \sqrt{U_{3\omega\ u\ fazi}^2 + U_{3\omega\ izvan\ faze}^2}\,, \tag{4.10}$$

a faza

$$\varphi = tan^{-1}\left(\frac{U_{3\omega\ izvan\ faze}}{U_{3\omega\ u\ fazi}}\right). \tag{4.11}$$

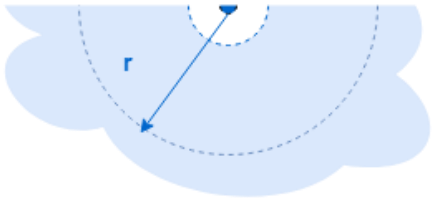
Treći harmonik napona Cahill je povezao s toplinskom vodljivošću što ćemo detaljnije obraditi u sljedećem poglavlju:

$$k_s = \frac{U_{0\ \mathrm{rms}}^3 \beta_h}{4\pi l_h R_0 S}\,, \tag{4.12}$$

gdje je k_s[W/m·k] toplinska vodljivost materijala, $U_{0\ rms}$ [V] efektivna vrijednost napona na krajevima metalne trake, β_h [K^{-1}] temperaturni koeficijent otpora, l_h[m] duljina metalne trake, R_0[$\boldsymbol{\Omega}$] otpor metalne trake prije početka mjerenja, S je nagib efektivne vrijednosti trećeg harmonika u fazi u odnosu na određeni interval frekvencija [1].

5 Cahillovo rješenje

Cahill je prvo proučio radijalni tok topline beskonačnog izvora topline unutar beskonačnog cilindra koji nastaje širenjem topline iz žice grijača postavljenog uzduž cilindra te se pritom koristio radovima Carslaw-a i Jaeger-a. U sljedećem koraku je proučio tok topline u polu-beskonačnom cilindru koji nastaje uzdužnim rezom beskonačnog cilindra. Vidjeti sliku 5.1.



***Slika 5.1**. Poprečni presjek polu-beskonačnog cilindričnog uzorka. (slika napravljena po uzoru na literaturu [1])*

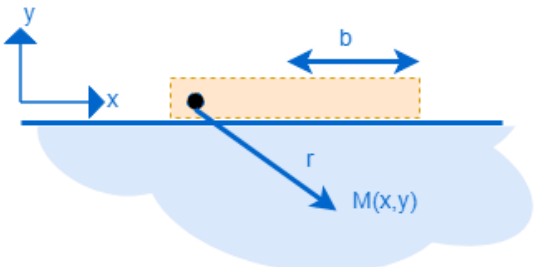
Zaključio je kako se temperaturne oscilacije u polu-beskonačnom cilindru mogu opisati nultim redom Besselovih funkcija druge vrste K_0:

$$\Delta T_{ACu-fazi}(r) = \frac{p_{rms}}{\pi k}\mathrm{Re}(K_0(qr)) \tag{5.1}$$

$$\Delta T_{ACizvan-faze}(r) = \frac{p_{rms}}{\pi k}\mathrm{Im}(K_0(qr)) \tag{5.2}$$

gdje je p_{rms} efektivna vrijednost primijenjene snage, a q valni broj [1].

Uzmemo li da se na površini uzorka ne nalazi žica nego grijač širine 2b, kao na slici 5.2.,

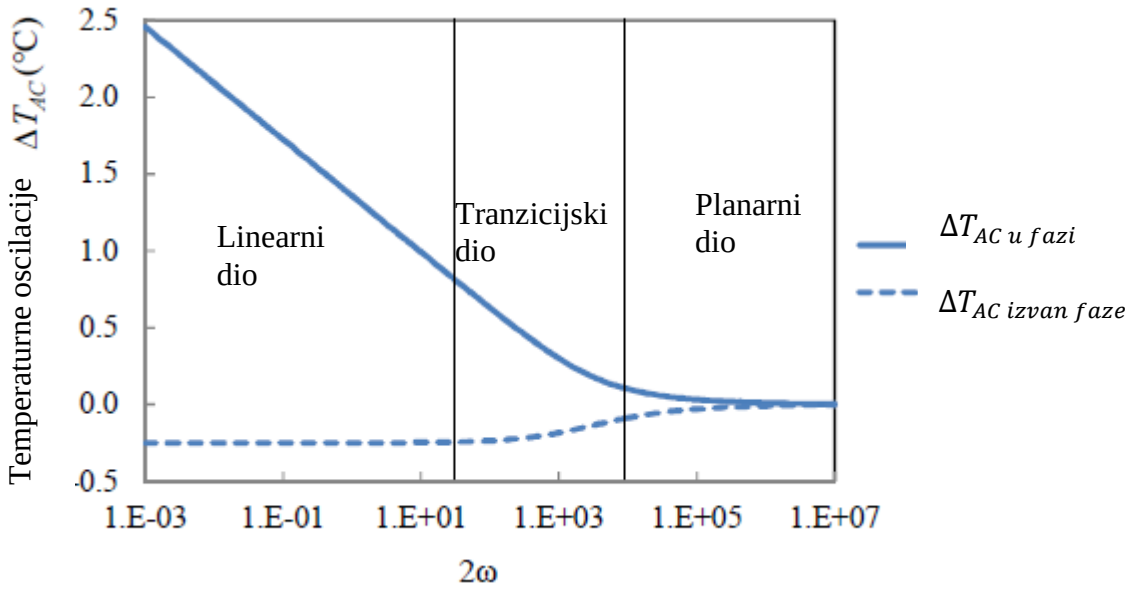


***Slika 5.2.** Grijač širine 2b na uzorku. Toplinski tok dobije se sumiranjem doprinosa M(x,y) svih dijelova grijača. (slika napravljena po uzoru na literaturu[1])*

sumiranjem doprinosa 5.1 i 5.2 duž grijača dobije se relacija koja opisuje temperaturne oscilacije u ovom slučaju

$$\Delta T_{AC}(2\omega) = \frac{p_{rms}}{\pi \mathrm{k}}\int_0^\infty \frac{sin^2(\eta b)}{(\eta b)^2\sqrt{\eta^2+q^2}}d\eta. \tag{5.3}$$

Rješenje ovog integrala je krivulja koju možemo podijeliti na tri dijela: linearni, tranzicijski i planarni. Na slici 5-3 možemo vidjeti rješenje integrala koje se dobije za uvrštene vrijednosti: $p_{rms} = 1W/m$, k=1W/m·K, $\eta \in [10^{-10}, 10^{10}]$, b=10μm [1].



Slika 5.3. *Rješenje integrala 4.11.(slika preuzeta iz literature [1])*

Aproksimativna jednadžba linearnog dijela rješenja integrala 5.3 prikazana je relacijom:

$$\Delta T_{AC} = -\frac{p_{rms}}{2\pi k}\left(\ln(2\omega) + \ln\left(\frac{b^2}{\alpha}\right) - 2\epsilon\right) - i\frac{p_{rms}}{4k} \tag{5.4}$$

Povezujući relacije 5.4 i 4.7 dobivamo izraz

$$U_{3\omega\, rms} = -\frac{U_{0\,\mathrm{rms}}^3 \beta_h}{4\pi l_h k R_0}\left(\ln(2\omega) + \ln\left(\frac{b^2}{\alpha}\right) - 2\epsilon\right) - i\frac{U_{0\,\mathrm{rms}}^3 \beta_h}{8 l_h k R_0} \tag{5.5}$$

iz kojeg vidimo da se komponenta trećeg harmonika napona u fazi mijenja linearno u odnosu na $\ln(2\omega)$. Iz nagiba linearnog dijela spektralne karakteristike trećeg harmonika napona u logaritamskoj skali možemo dobiti toplinsku vodljivost pomoću sljedećeg izraza [1]:

$$k = -\frac{U_{0\,\mathrm{rms}}^3 \beta_h}{4\pi l_h R_0} \cdot \frac{1}{nagib}. \tag{5.6}$$

Frekvencije za koje vrijedi aproksimativni izraz (5.5) možemo dobiti iz relacije

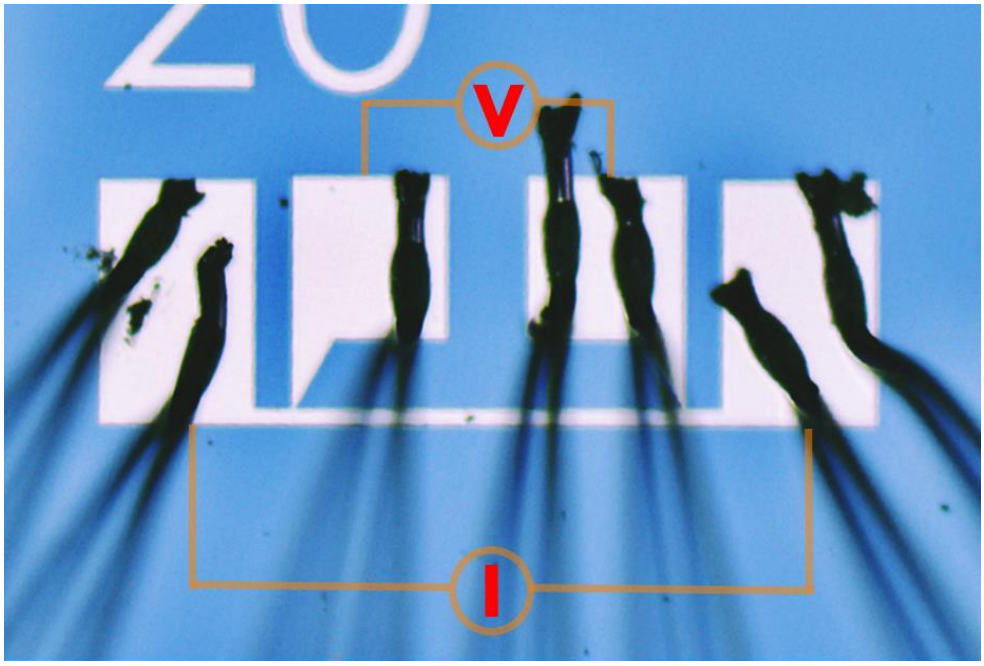
$$\frac{25\alpha}{4\pi {t_s}^2} < f_{linearni} < \frac{\alpha}{100\pi b^2}. \tag{5.7}$$

gdje je t_s[m] debljina uzorka, b[m] širina metalne trake, α [$\frac{\mathrm{m}^2}{\mathrm{s}}$] toplinska difuzivnost[1].

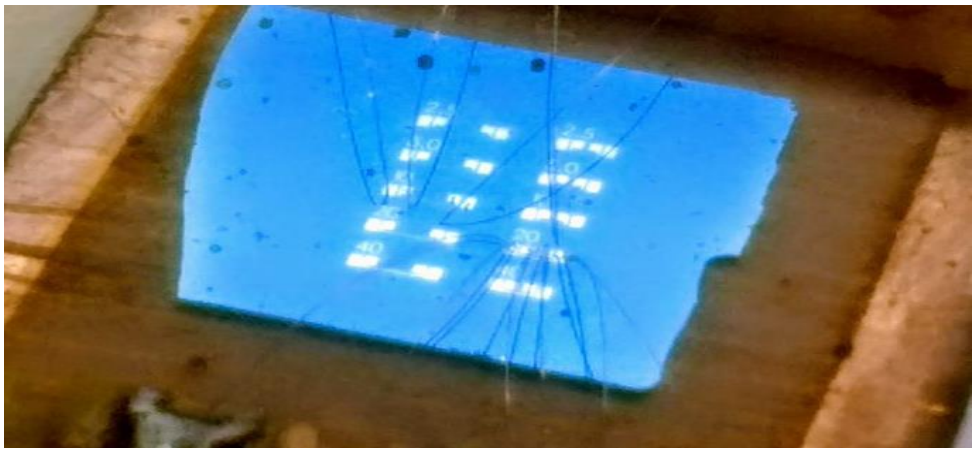
Možemo vidjeti u relaciji 5.5 kako toplinsku vodljivost možemo dobiti i mjerenjem trećeg harmonika izvan faze, međutim to se eksperimentalno nije dobro pokazalo te se uglavnom za račun toplinske vodljivosti koristi mjerenje trećeg harmonika napona u fazi[14].

6 Eksperimentalni postav

Za eksperiment potreban je uzorak kojem želimo mjeriti toplinsku vodljivost. Uzorak mora na sebi imati nanesen sloj metala koji služi kao vodič struje te kao grijač uzorka. Metalni sloj nanosi se fotolitografijom[1]. U ovom radu fotolitografiju nismo koristili jer smo imali već pripremljeni uzorak. Na slici 6.1. i 6.2. vidimo naš uzorak (plava boja), metalnu liniju (bijela boja) te priključke za povezivanje u strujni krug (crna boja).

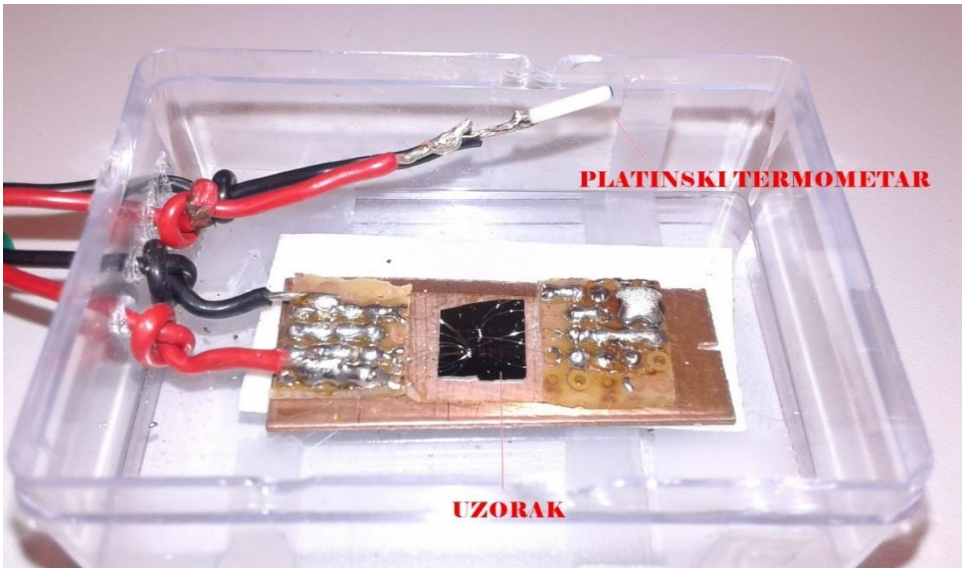


Slika 6.1. *Uzorak (plava boja), metalna traka (bijela boja). (slika preuzeta iz literature [15])*



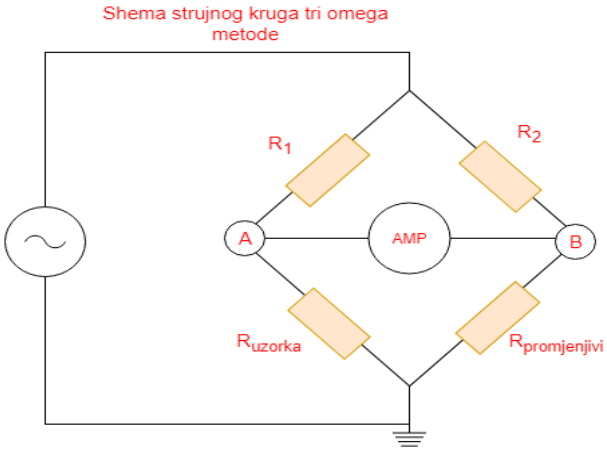
Slika 6.2. *Uzorak silicij(plava boja) s nanesenim metalnim trakama(bijela boja)*

Na slici 6.3. je prikazan uzorak silicija zajedno s priključcima za uključivanje u strujni krug te platinski termometar za mjerenje temperature.



***Slika 6.3**. Uzorak s kontaktima za uključivanje u strujnu krug i platinski termometar.(slika preuzeta iz literature[15])*

Uzorak se spaja u strujni krug preko male metalne trake. Shemu strujnog kruga možemo vidjeti na slici 6.4.



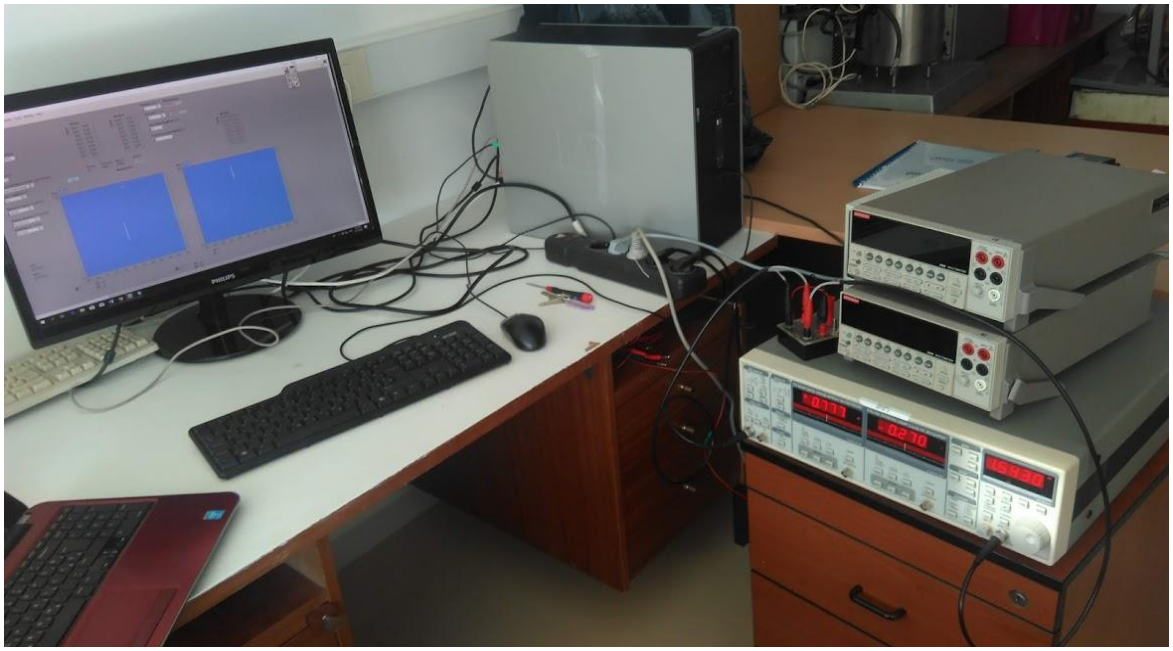
***Slika 6.4.** Shema strujnog kruga 3-mega metode s Wheastoneovim mostom.*

Naš uzorak je dio grane Wheastoneovog mosta. Na slici 6.5 prikazan je naš Wheastoneov most.

Toplinsku vodljivost možemo odrediti mjereći efektivnu vrijednost trećeg harmonika napona kao funkciju frekvencije. Mjerimo samo za one frekvencije za koje, prema formuli 5.7, vrijedi Cahillovo rješenje. Kako bi izračunali odgovarajući interval frekvencija potrebno je poznavati dimenzije metalne trake i debljinu uzorka. Za određivanje dimenzija koristili smo optički mikroskop. Mikroskop je povezan s računalom te uz pomoć programa Zen omogućuje slikanje i mjerenje 2D dimenzija. Na slici 6.1. je naš uzorak slikan programom Zen.

Slika 6.5. *Whestoneov most.*

Napon trećeg harmonika mjerimo pomoću Lock – in pojačala. Pojačalo je spojeno u strujni krug između točaka A i B Wheastoneovog mosta na slici 6.7. Napon prvog harmonika nad metalnom linijom mjerimo multitmetrom. Multimetri će poslužiti i pri mjerenju temperaturnog koeficijenta otpora. Pomoću programskog paketa LabVIEW komuniciramo uređajima kako bi očitavali podatke i spremali u tekstualne datoteke za daljnu obradu.

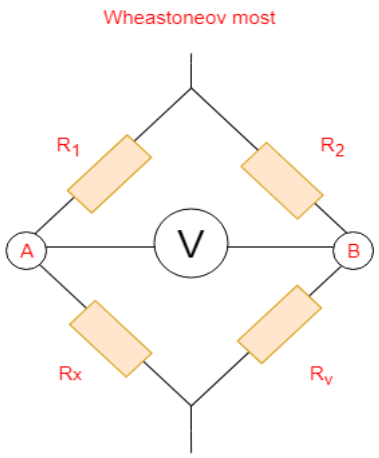


Slika 6.6. *Lock in pojačalo i dva multimetra koja komuniciraju s računalom preko programa LabVIEW.*

6.1 Wheastoneov most

Wheastoneov most služi za precizno određivanje promjena otpora. Most se sastoji od tri poznata stalna otpornika i jednog promjenjivog. Kada je napon između točaka A i B jednak nuli otpornici su u Wheastonovom mostu tada povezana relacijom

$$\frac{R_h}{R_1} = \frac{R_3}{R_2} \tag{6.1}$$

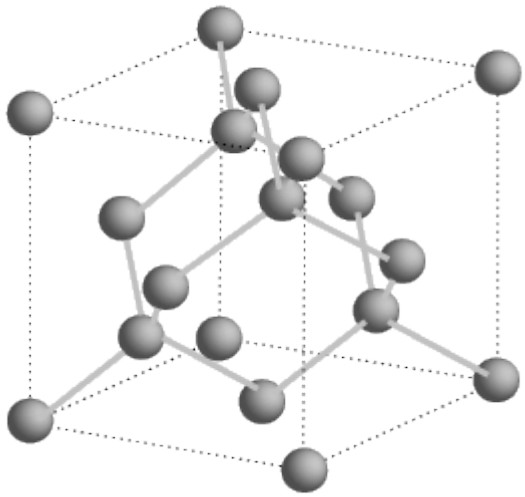


Slika 6.7. *Shema Wheastoneovog mosta.*

U našem mostu u prvoj grani se nalazi uzorak koji na temperaturi od 26˚C ima otpor 39,1 Ω te otpornik od 98,8 Ω. U drugoj grani je otpornik od 10030 Ω te jedan promjenjivi otpornik. Promjenjivi otpornik mijenjamo dok ne postignemo da je napon između točaka A i B jednak nuli. Wheastoneov most nam služi kako bi poništili prvi harmonik između točaka A i B te kako bi tada precizno mogli očitati vrijednost trećeg harmonika. Treći harmonik napona između točaka A i B povezan je s trećim harmonikom napona metalnoj liniji relacijom 7.1 [1].

6.2 Uzorak silicij

Silicij je među najzastupljenijim elementima na Zemlji. Uočio ga je Antoine Lavoisier 1787. godine. U periodnom sustavu elemenata nalazi se pod rednim brojem 14 elektronske konfiguracije $3s^2 3p^2$ te postoje brojni izotopi silicija. U prirodi ga rijetko pronalazimo u elementarnom obliku. Možemo ga pronaći u raznim spojevima, pijesku, kvarcu, kremenu, opalu, citrinu. Po električnoj vodljivosti je poluvodič. Silicij ima dosta korisnih svojstava zbog kojih ima široku primjenu, neka od korisnih svojstava su: niska kemijska reaktivnost, niska toksičnost, visoka otpornost na reakcije s kisikom, ozonom i na UV svjetlo, zadržavanje konstantnih svojstava u rasponu temperatura od – 100 do 250 ° [5,16].



Slika 6.8. *Struktura silicija. (slika preuzeta iz literature http://isbchem1.pbworks.com/ [17])*

6.3 Lock – in pojačalo

Lock - in pojačalo je uređaj kojim možemo mjeriti jako male signale. Iz mnoštva frekvencija u signalu možemo izdvojiti signal željene frekvencije [13].

6.3.1Kako radi lock- in pojačalo

Mjereni signal u eksperimentu može se sastojati od raznih frekvencija. Iz tog mnoštva želimo izdvojiti signal točno određene frekvencije koju nazivamo referentna frekvencija. Signal referentne frekvencija potrebno je predati Lock-in-u iz nekog vanjskog izvora ili interno iz samog uređaja. Glavna dva dijela pojačala su fazno osjetljivi detektori (*Phase sensitive detection* (PSD)) i nisko propusni filteri (*low pass filter* (LPF)). Postoje dva fazno osjetljiva detektora PSD1 i PSD2 koji služe za izdvajanje komponente u fazi (*In phase*) i komponente izvan faze (*Out of phase*). U ovom dijelu množi se signal iz eksperimenta (6.2) s referentnim signalom (6.3). Kao rezultat dobijemo dva kosinusna vala (6.5). U slučaju kada su frekvencije ulaznog signala i referentnog iste dobijemo jedan AC signal i jedan DC signal (6.7). AC signali se utišavaju u nisko-propusnim filterima, tako da na kraju dobijemo samo DC signal u fazi i izvan faze. Sljedeće jednadžbe predočuju rad PSD1, PSD2 te nisko propusnih filtera [13].

$$U_{reference} = U_r sin(\omega_r t + \theta_r) \tag{6.2}$$

$$U_{input} = U_i sin(\omega_i t + \theta_i) \tag{6.3}$$

$$U_{PSD1} = U_i U_r sin(\omega_i t + \theta_i) sin(\omega_r t + \theta_r) \tag{6.4}$$

$$U_{PSD1} = \frac{1}{2} U_i U_r \, cos(\omega_i - \omega_r)\, t + \theta_i - \theta_r) - \frac{1}{2} U_i U_r \, cos(\omega_i + \omega_r)\, t + \theta_i + \theta_r) \tag{6.5}$$

Ako su frekvencije jednake

$$\omega_i = \omega_r \tag{6.6}$$

tada na izlazu PSD1 imamo

$$U_{PSD1} = \frac{1}{2} U_i U_r cos(\theta_i - \theta_r) - \frac{1}{2} U_i U_r \, cos(2\omega_r \, t + \theta_i + \theta_r). \tag{6.7}$$

Prolaskom kroz nisko-propusni filter LPF, AC signal se utišava i dobivamo:

$$U_{PSD1} = \frac{1}{2} U_i U_r cos(\theta_i - \theta_r). \tag{6.8}$$

$$\theta = (\theta_i - \theta_r). \tag{6.8}$$

Lock-in pojačalo na ekranu prikazuje ovi dio izlaza iz LPF:

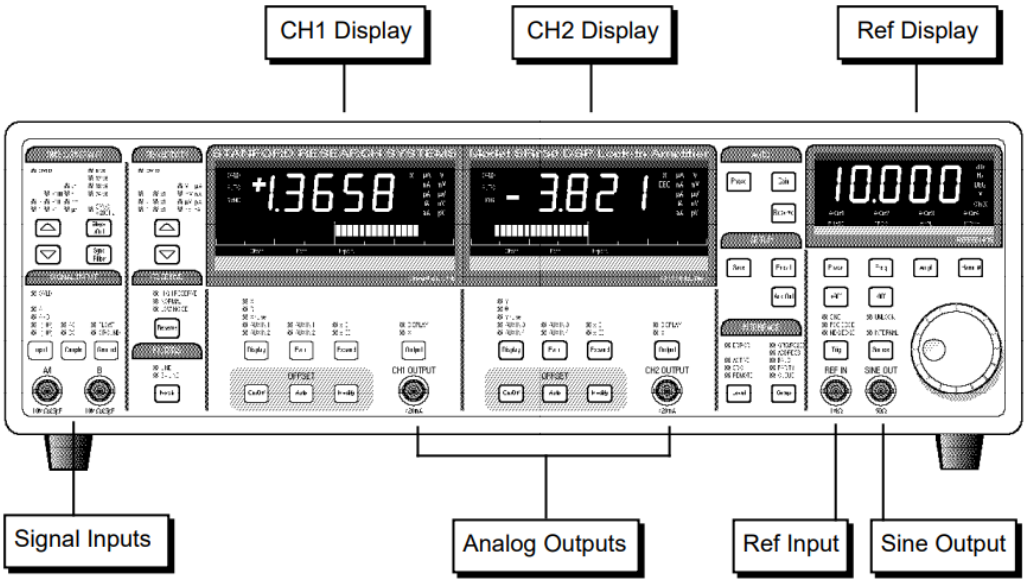
$$X = U_i \cos\theta \tag{6.9}$$

$$Y = U_i \sin\theta, \tag{6.10}$$

gdje je X komponenta napona u fazi, a Y komponenta napona izvan faze. Sve vrijednosti napona na ekranu su efektivne (rms) vrijednosti [13].

6.3.2 Upravljanje Lock-in pojačalom

Na slici 6.9. je prikazana je prednja ploča Lock-in pojačala. Prednja ploča podijeljena je u nekoliko dijelova. U daljnjem tekstu detaljnije ćemo opisati dijelove koje smo koristili pri radu.



Slika 6.9. Prednja ploča Lock- in pojačala (slika preuzeta iz literature [13])

Ulaz signala (Signal inputs)

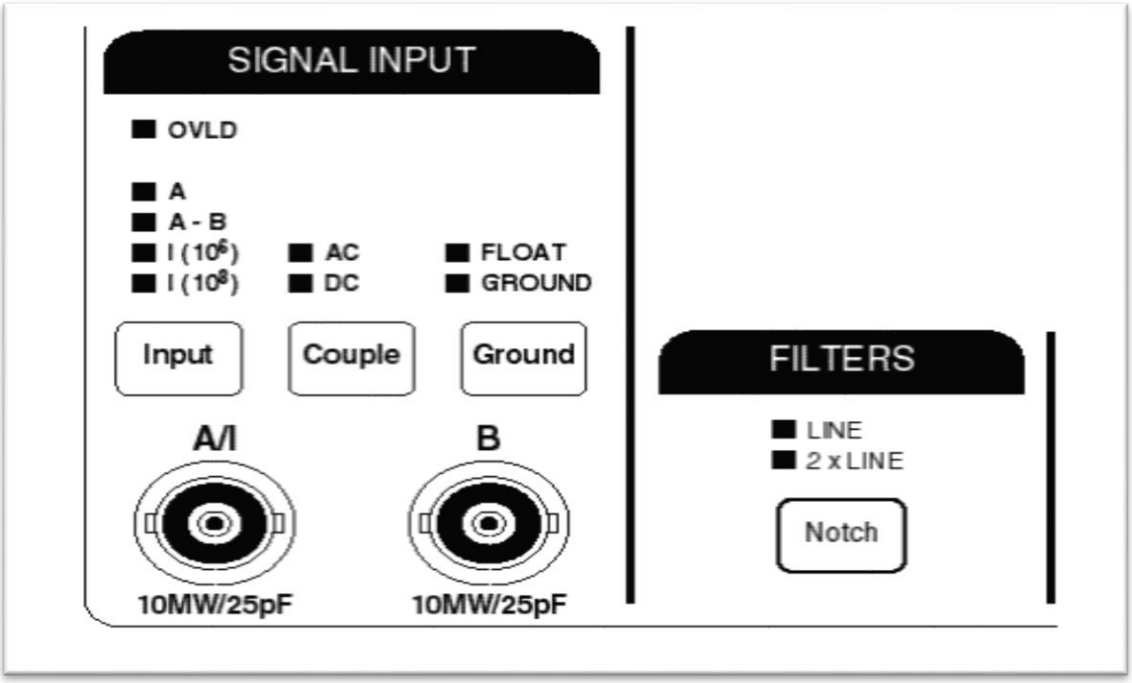
Ulaz signala je dio služi kako bi instrument dobio informacije što i kako treba mjeriti. Odabir opcija ovisi o našem eksperimentu. Lock-in pojačalo može mjeriti AC i DC struju i napon, pritom priključak ulaza može biti s nesimetričan (*single-ended*) ili diferencijalni a uzemljenje zasebno (*float*) ili zajedničko (*ground*). Izmjenični način rada može se odabrati samo za frekvencije veće od 160 mHz [13].

Uskopojasno-nepropusni (notch) filteri

Notch filteri smanjuju buku neke frekvencije, točnije frekvencije gradske mreže. Postoje dva *notch* filtera, prvi je linijski filter (*line filter*) koji smanjuju buku frekvencija 50 i 60 Hz, a drugi filter 2 x Line smanjuje buku frekvencija prvih viših harmonika 100 Hz i 120 Hz [13].

Osjetljivost

U ovom djelu odabiremo potrebnu skalu za mjerenje signala. Mjerenja napona mogu biti u rasponu od 2 nV do 1 V (rms) a struje od 2 fA do 1 μA. Ako nismo sigurni kolika nam je osjetljivost potrebna u automatskom dijelu prednje ploče (*Auto*) pomoću tipke *Gain* omogućujemo automatski odabir osjetljivosti na temelju amplitude ulaznog signala [13].



Slika 6.10. *Dijelovi prednje ploče Lock-in pojačala: Signal input i Filteri (slika preuzeta iz literature [13])*

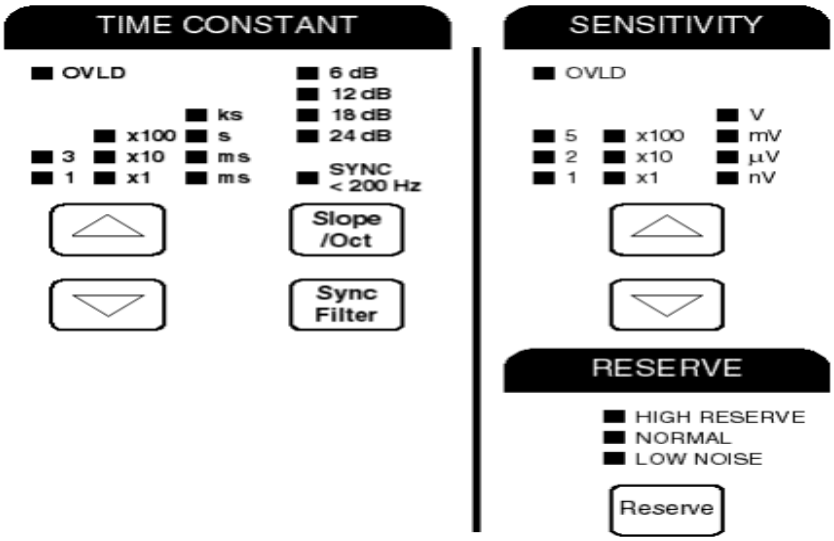
Rezerva

Rezerva je omjer najvišeg dopuštenog signala buke i mjernog signala referentne frekvencije. Rezerva ovisi o osjetljivosti. Primjerice ako je naš mjerni signal osjetljivosti 1μV, onda za rezervu od 60 dB buka može iznositi najviše 1 mV. Postoje tri različita načina (*mode*) rada. *Low noise mode* odabire minimalnu moguću rezervu za odabranu osjetljivost, *High reserve mode* maksimalnu rezervu za odabranu osjetljivost, a *Normal mode* odabire rezervu između maksimalne i minimalne [13].

Automatski dio front panela (*Auto*) sadrži tipku *Auto Reserve* pomoću koje se minimalna potrebna rezerva odabire automatski.

Vremenska konstanta

Slika 6.11. *Slika prikazuje dio prednje ploče s nisko-propusnim filterom. (slika preuzeta iz literature [13])*



Vremenska konstanta bitan je parametar nisko-propusnog filtera (LPF) u kojem se propušta signal željene frekvencije a odbacuju signali viših frekvencija. Pomoću vremenske konstante određujemo visinu propusnosti frekvencija signala. Što je veća vremenska konstantna to je naše mjerenje stabilnije. Vremenska konstanta definirana je kao:

$$t = \frac{1}{2\pi f}, \tag{6.11}$$

gdje je frekvencija f frekvencija nisko-propusnog *roll off* filtera za koju je propusnost –3 dB. Koju ćemo vremensku konstantu odabrati ovisi o filteru, osjetljivosti i rezervi. Uređaj nije automatiziran, stoga sami moramo odabrati vremensku konstantu prema uputama priručnika uređaja Sr830 [13].

Koraci pri određivanju vremenske konstante

Prvo moramo odrediti osjetljivost i rezervu. Ako nismo sigurni kako, koristimo automatske opcije (*Gain* za osjetljivost, *Auto reserve* za rezervu). Iz tablice na slici 6.12. očitamo kolika je buka za odabranu osjetljivost i rezervu. Nakon toga u tablici (slika 6.13) za željeno prigušenje i ukupnu buku možemo očitati minimalnu vrijednost vremenske konstante koju moramo postaviti [13].

Sensitivity	Low Noise	Normal	High Reserve
1 V	0	0	0
500 mV	6	6	6
200 mV	4	14	14
100 mV	0	10	20
50 mV	6	16	26
20 mV	4	24	34
10 mV	0	20	40
5 mV	6	26	46
2 mV	4	34	54
1 mV	10	40	60
500 µV	16	46	66
200 µV	24	54	74
100 µV	30	60	80
50 µV	36	66	86
20 µV	44	74	94
10 µV	50	80	100
5 µV	56	86	106
2 µV	64	94	114
1 µV	70	100	120
500 nV	76	106	126
200 nV	84	114	134
100 nV	90	120	140
50 nV	96	126	146
20 nV	104	134	154
10 nV	110	140	160
5 nV	116	146	166
2 nV	124	154	174

Slika 6.12. *Iznos rezerve za pojedinu osjetljivost i odabrani mod. (tablica preuzeta iz literature [13])*

6 dB/oct	DC gain (dB)	min time constant
	<45	10 µs
	<55	30 µs
	<65	100 µs
	<75	300 µs
	<85	1 ms
	<95	3 ms
	<105	10 ms
	<115	30 ms
	<125	100 ms
	<135	300 ms
	<145	1 s
	<155	3 s
	<165	10 s
	<175	30 s
12 dB/oct	DC gain (dB)	min time constant
	<55	10 µs
	<75	30 µs
	<95	100 µs
	<115	300 µs
	<135	1 ms
	<155	3 ms
	<175	10 ms
18 dB/oct	DC gain (dB)	min time constant
	<62	10 µs
	<92	30 µs
	<122	100 µs
	<152	300 µs
	<182	1 ms
24 dB/oct	DC gain (dB)	min time constant
	<72	10 µs
	<112	30 µs
	<152	100 µs
	<182	300 µs

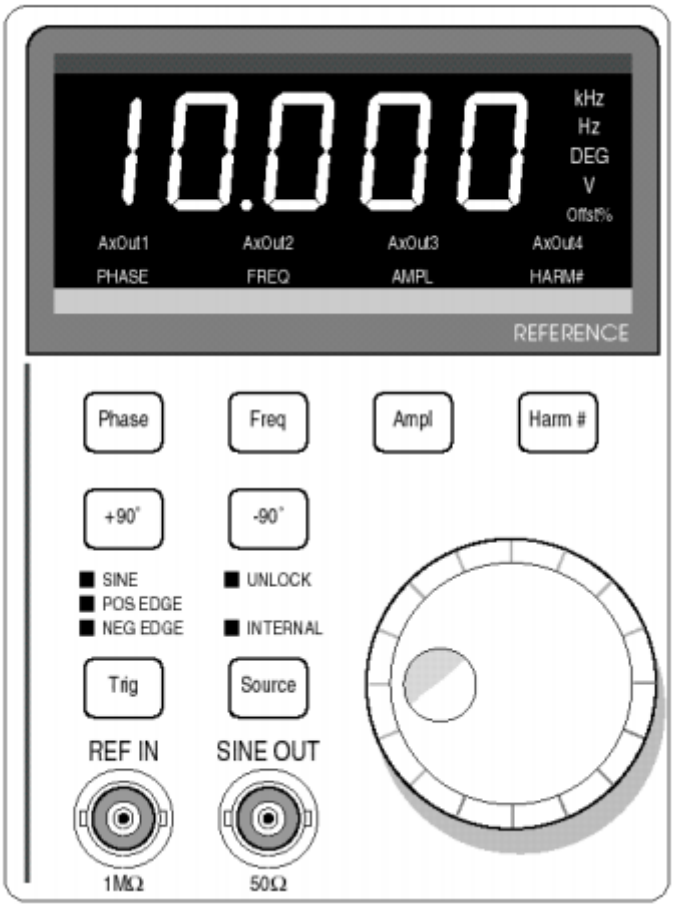
Slika 6.13. *Odabir minimalne vremenske konstante za željeno prigušenje i ukupnu buku.(slika preuzeta iz literature [13])*

Zasloni ulaznih kanala CH1 i CH2

Na zaslonu prvog kanala CH1 možemo očitati komponentu napona u fazi X te amplitudu buke Xnoise, dok na zaslonu drugog kanala CH2 možemo očitati komponentu napona izvan faze Y, pomak u fazi Θ te amplitudu buke Ynoise [13].

Referentni dio front panela

Referentni signal može se priključiti iz vanjskog generatora signala ili interno, iz generatora signala koji se nalazi u lock-in pojačalu. Na ekranu referentnog dijela panela možemo vidjeti fazu, frekvenciju, amplitudu referentnog signala te koji se harmonik mjeri. Okruglo dugme na slici 6.15 omogućuje nam mijenjanje svih navedenih vrijednosti. Frekvencija se u slučaju vanjskog izvora referetnog signala ne može mijenjati, dok se za interni generator signala može mijenjati od 0.001 do 102 kHz. Ako odaberemo mjerenje n - tog harmonika napona onda je maksimalna gornja frekvencija 102 kHz/n [13].



Slika 6.14. *Dio prednje ploče u kojemu podešavamo referentni signal. (slika preuzeta iz literature [13])*

7 Rezultati i rasprava

Pri mjerenjima koristili smo se programskim paketom LabVIEW. Napravili smo dva programa.

- Prvi program izrađen je za upravljanje Lock- in pojačalom i mjerenje trećeg harmonika. Pomoću njega smo postavljali početne parametre pojačala, mjerili treće harmonike napona i spremali ih u tekstualne datoteke. Za svaku frekvenciju mjerili smo oko 20 vrijednosti napona te računali srednju vrijednost efektivne vrijednosti napona trećeg harmonika.
- Drugi program omogućuje nam komunikaciju računala s dva multimetra (Keithley 2000). Program može poslužiti za više namjena. Mi smo ga koristili u dvije namjene.

a. U prvoj namjeni program je pomoću jednog multimetra mjerio otpor platinskog termometra i računao temperaturu uzorka a drugim multimetrom mjerio otpor metalne trake (grijača) na uzorku. Mjerenjem otpora metalne u ovisnosti o temperaturi možemo izračunati temperaturni koeficijent otpora metala.

b. U drugoj namjeni koristili smo ga za praćenje temperature uzorka pri mjerenju trećeg harmonika. Služio nam je kako bi mogli vidjeti kada se temperatura stabilizirala za primijenjeni napon.

Dimenzije metalne trake snimili smo optičkim mikroskopom te programom Zen izmjerili duljinu. Na uzorku je već navedena širina metalne trake, a duljinu smo izračunali pomoću aplikacije u programu. Širina je $b = 10$ μ, duljina l = 630 μm. Debljinu uzorka silicija smo procjenili na 0,5mm.

Prije svakog mjerenja potrebno je bilo izmjeriti otpor uzorka na sobnoj temperaturi. Koristeći izvor Lock-in pojačala kroz metalnu liniju smo puštali struje uz napon izvora od 0,5 V ili 0,75 V. Odabrali smo *roll of* prigušenje od 12db/oct te osjetljivost 50 μV. Prema slikama 6.12. i 6.13. možemo vidjeti da je minimalna vrijednost vremenske konstante za naša mjerenja bila je 10 μs. U radu smo koristili veće vremenske konstante od minimalne vrijednosti kako bih dobili što stabilnija mjerenja. Uključili smo *notch* filtere koji smanjuju utjecaj frekvencija gradskih mreža na rezultat.

Nakon namještanja parametara Lock-in pojačala možemo pokrenuti strujni krug. Prvo ćemo promatrati vrijednost efektivne vrijednosti prvog harmonika napona između točaka A i B Wheastonevog mosta kojeg možemo vidjeti na slici 6.7. Okretanjem potenciometra od 500 Ω potrebno je podesiti vrijednost prvog harmonika što bliže nuli. Doprinos trećem harmoniku između točaka A i B sada postoji samo zbog doprinosa metalne trake jer je zbog malog temperaturnog koeficijenta otpora, doprinos ostalih otpornika u mostu zanemariv. Sada je sve spremno za početak mjerenja. Prvo je potrebno zabilježiti napon prvog harmonika nad metalnom linijom a zatim bilježiti promjene trećeg harmonika napona između točaka A i B Wheastonovog mosta za određene frekvencije. Interval frekvencija u kojem je ovisnost trećeg

harmonika napona u odnosu na ln(2ω) bio linearan je od približno 700Hz do 2843 Hz. Interval je određen prema jednadžbi 5.7.

Gornja granica frekvencije određena je širinom metalne trake. Mjerenjem frekventne karakteristike trećeg harmonika odredili smo nagib *S*. Nagib smo računali iz podataka mjerenih između frekvencija 700 i frekvencija oko 2000 Hz.

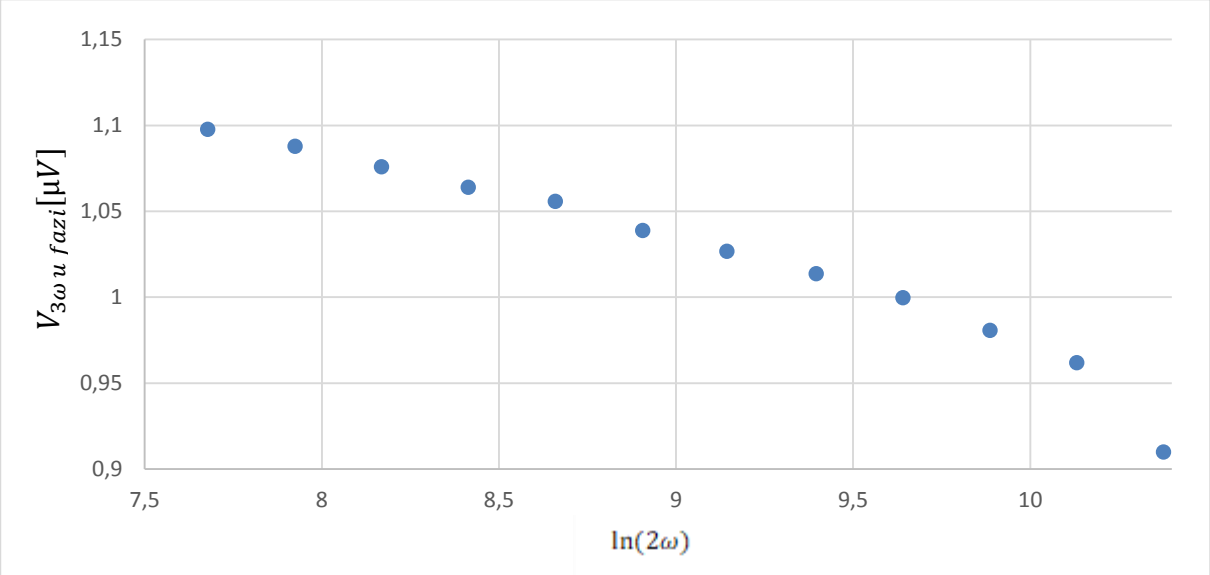
Treći harmonik napona koji smo mjerili Lock-in pojačalom između točaka A i B Wheastoneovog mosta povezan je s trećim harmonikom napona na metalnoj liniji izrazom

$$U_{3\omega} = \frac{R_1+R_{izvora}+R_{uzorka}}{R_1+R_{izvora}} \cdot V_{3\omega}, \tag{7.1}$$

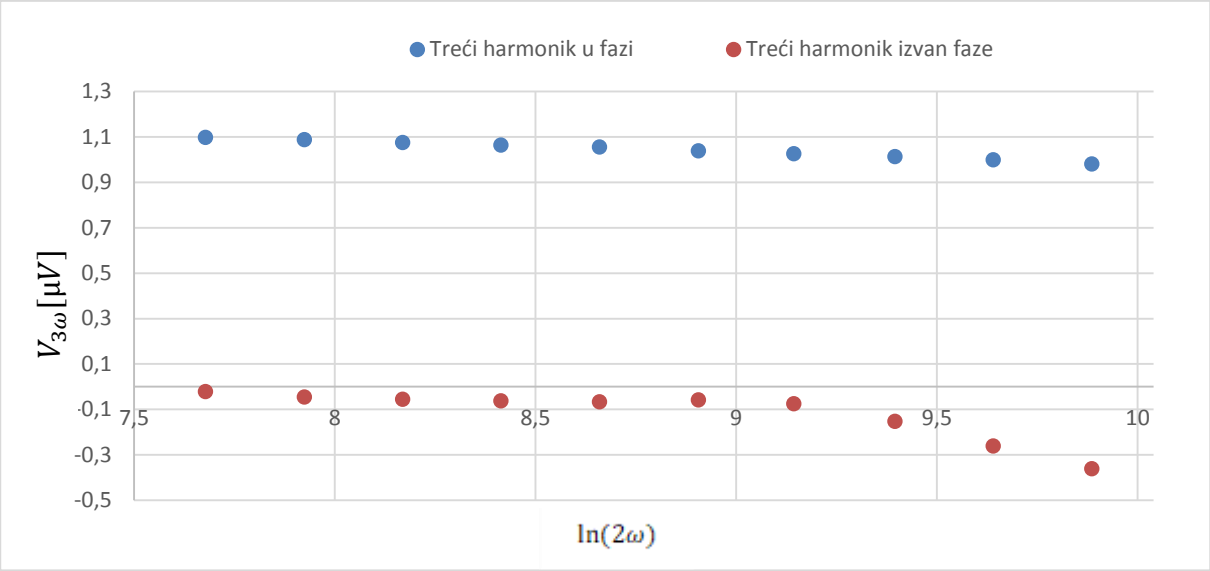
gdje je $U_{3\omega}$ je treći harmonik napona nad metalnom linijom, $V_{3\omega}$ treći harmonik napona između točaka A i B u Wheastoneovom mostu (slika 6.7)[1].

Sljedeći korak je račun temperaturnog koeficijenta otpora koji ćemo obraditi detaljnije u daljnjem tekstu. Nakon što smo zabilježili sve vrijednosti možemo početi s izračunom toplinske vodljivosti prema formuli 4.13 s tim da su sve mjerene vrijednosti, efektivne (rms) vrijednosti napona [14].

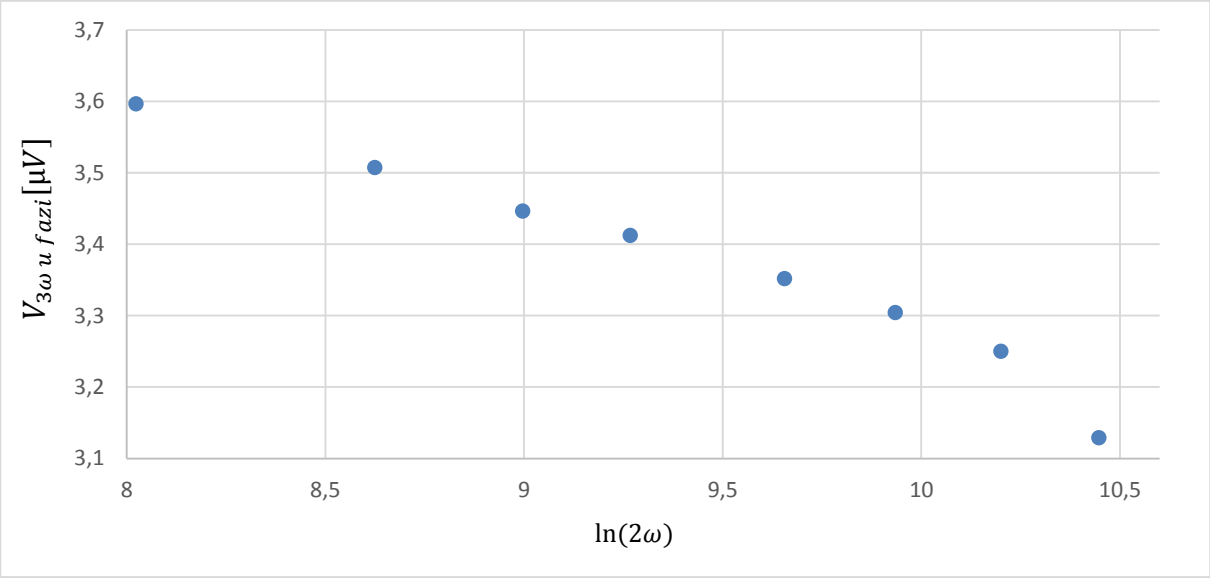
Na slikama 7.1 i 7.3 prikazana je ovisnost trećeg harmonika u fazi o logaritmu dvostruke kutne frekvencije pri efektivnoj vrijednosti napona izvora od 0,5 i 0,75V. Uočavamo linearnu ovisnost za ln(2ω) između vrijednosti 9 i 10,2. Prema jednadžbi 5.7. smo izračunali u kojem intervalu bi trebao biti linearni dio za naš uzorak. Dobili smo da bi ln(2ω) trebao biti u približnom intervalu od 9 do 10,48.



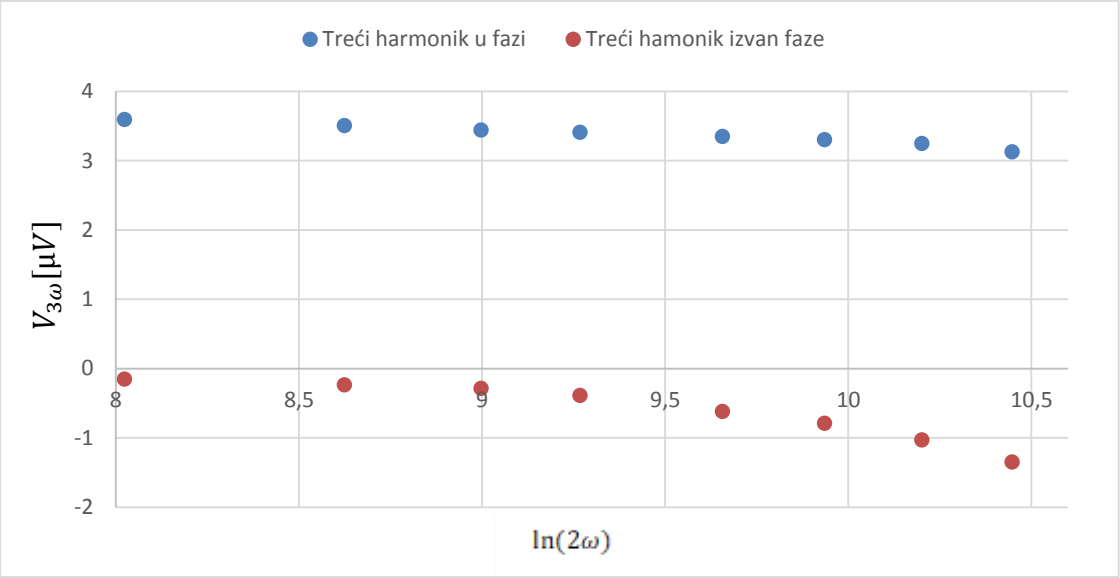
Slika 7.1. *Ovisnost trećeg harmonika napona u fazi o frekvenciji za efektivnu vrijednost napona osnovnog harmonika od 0,5V.*



***Slika 7.2**. Ovisnost trećeg harmonika napona u fazi i izvan faze o frekvenciji za efektivnu vrijednost napona osnovnog harmonika od 0,5V .*



***Slika 7.3** Ovisnost efektivne vrijednosti trećeg harmonika napona u fazi o frekvenciji za napon efektivne vrijednosti osnovnog harmonika od 0,75V .*

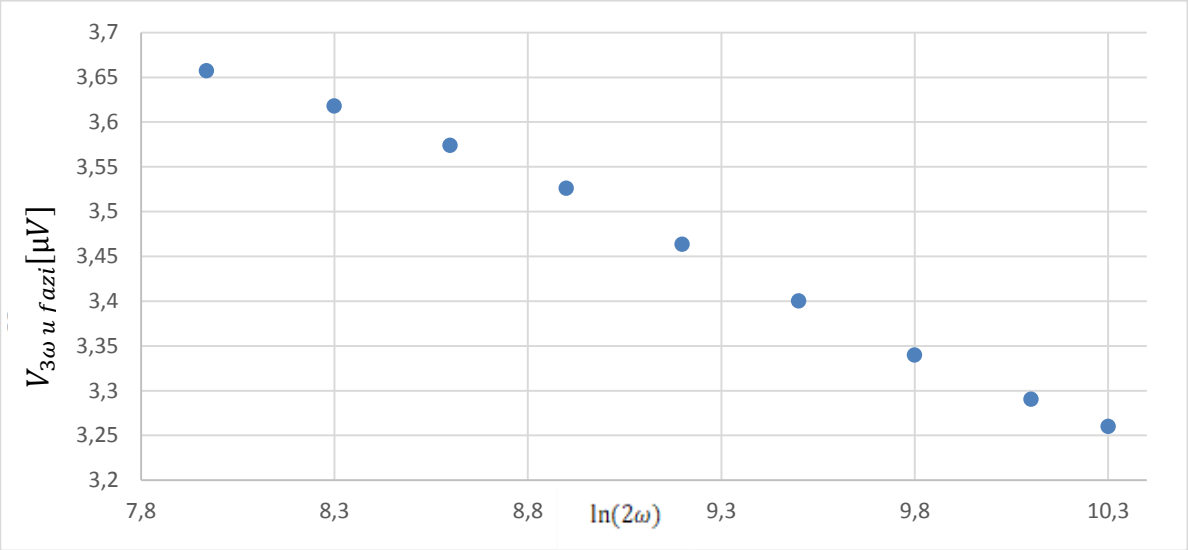


Slika 7.4. *Ovisnost efektivne vrijednosti trećeg harmonika napona u fazi i izvan faze o frekvenciji za napon efektivne vrijednosti osnovnog harmonika od 0,75V .*

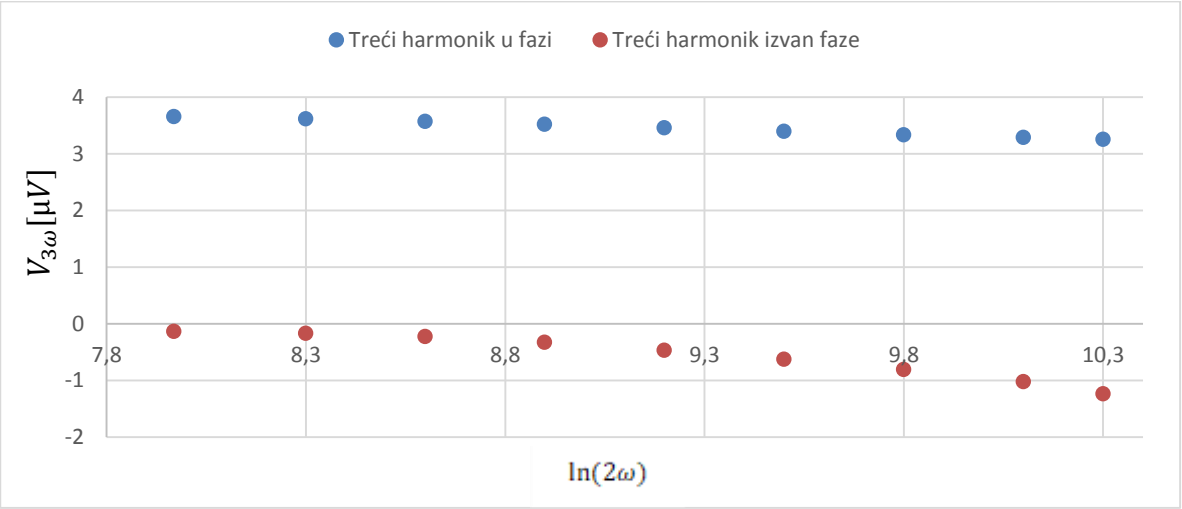
Kako bismo izmjerili toplinsku vodljivost na višoj temperaturi, uzorak smo stavili na ploču visokog toplinskog kapaciteta te smo sve zajedno stavili u stiropor kako bi smanjili prijelaz topline u okolinu. Na ploču smo stavili grijač kroz koji smo puštali struju pomoću strujnog izvora UNI -T , a iznad grijača smo postavili uzorak, slika 7.5.

Slika 7.5. *Na ploči aluminija,visokog toplinskog kapaciteta (srebrna boja) postavljen je grijač (narančasta boja) na kojemu je uzorak zajedno s termometrom. Sve je smješteno u kutiju od stiropora.*

U program u LabVIEW smo promatrali vrijeme stabilizacije temperature za primjenjeni napon. Nakon stabilizacije temperature obavili smo mjerenja trećeg harmonika napona pri različitim frekvencijama pri temperaturi od 47 °C što možemo vidjeti na slici 7.6.

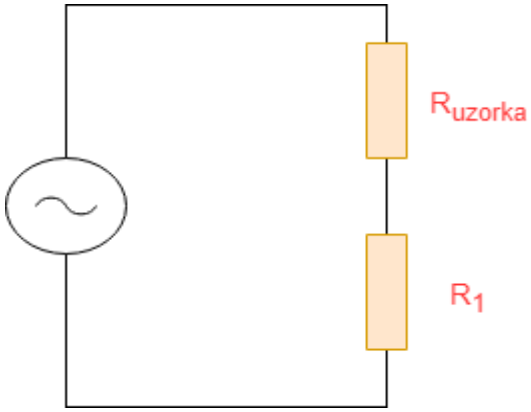


Slika 7.6. *Ovisnost efektivne vrijednosti trećeg harmonika napona u fazi o frekvenciji za napon efektivne vrijednosti osnovnog harmonika od 0,75V pri temperaturi 47°.*



Slika 7.7. *Ovisnost efeketivne vrijednosti trećeg harmonika napona u fazi i izvan faze o frekvenciji za napon efektivne vrijednosti osnovnog harmonika od 0,75V pri temperaturi 47°.*

Treći harmonik napona nad metalnom linijom mora biti proporcionalan trećoj potenciji napona nad metalnom liniji prema jednadžbi (5.5). Strujni krug možemo pojednostaviti iz razloga kako struja gotovo ne prolazi kroz jednu granu Wheastonovog mosta zbog velikog otpora u odnosu na drugu granu.



Slika 7.8. *Pojednostavljeni strujni krug sa slike 6.4. Zanemarili smo granu s velikim otporom jer njom gotovo ne prolazi struja.*

Struju koja prolazi kroz uzorak u pojednostavljeno strujnom krugu računamo po izrazu

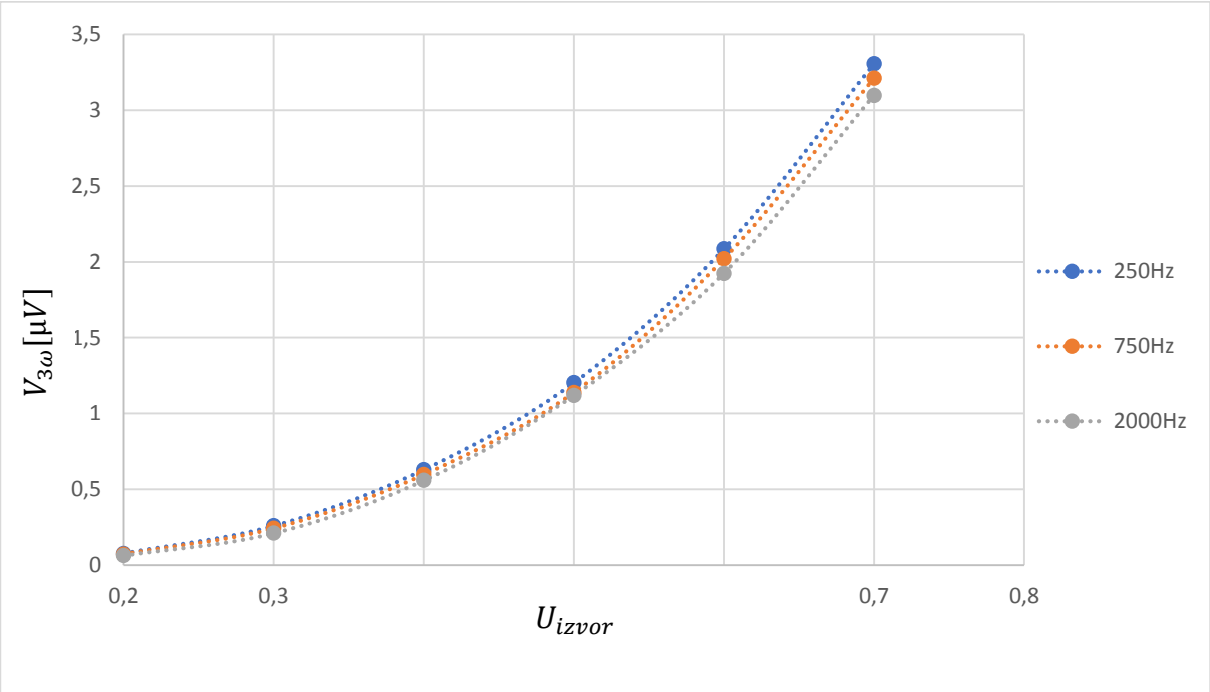
$$I = \frac{U_{izvor}}{R_{uzorka} + R_1 + R_{izvora}}, \tag{7.2}$$

a napon nad metalnom linijom je tad

$$U_{napon\ nad\ metalnom\ linijom} = \frac{U_{izvor}}{R_{uzorka} + R_1 + R_{izvora}} \cdot R_{uzorka}. \tag{7.3}$$

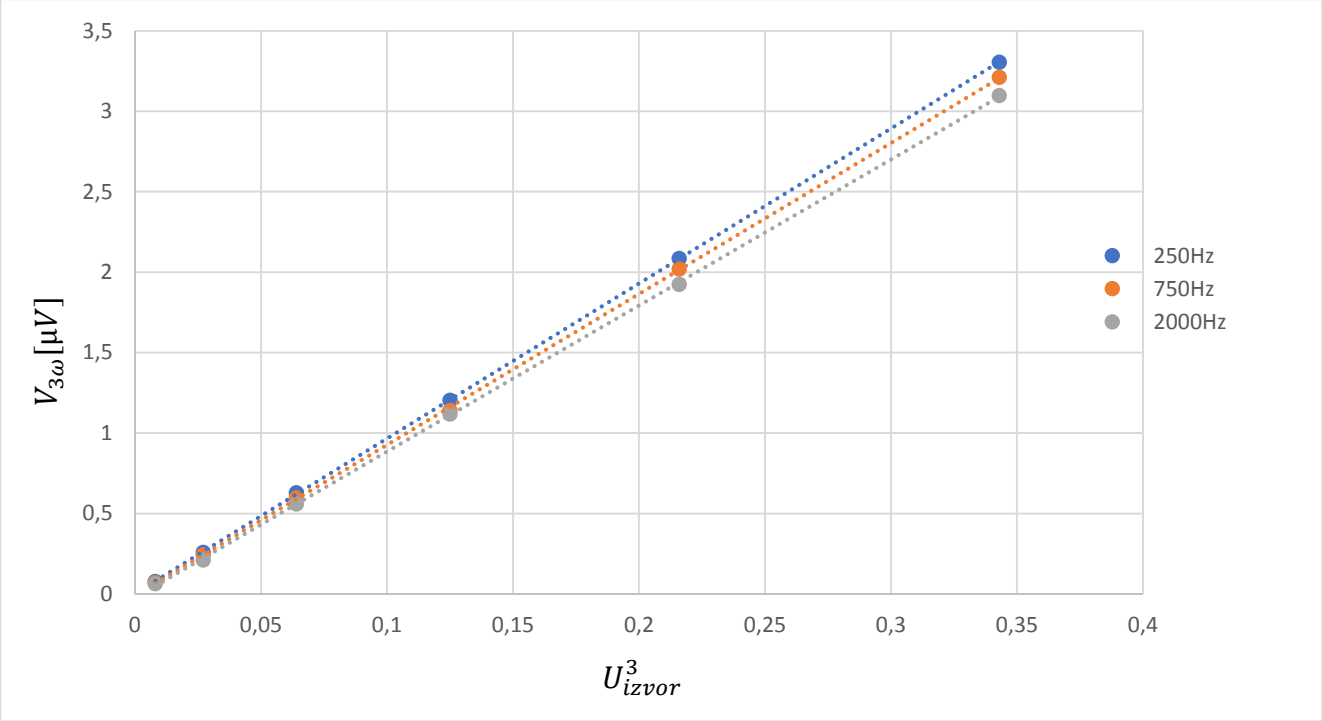
Iz izraza 5.5., 7.1. i 7.2 možemo zaključiti kako je

$$V_{3\omega} \sim U_{3\omega} \sim U_{izvor}^3. \tag{7.4}$$



Slika 7.9. *Ovisnost efektivne vrijednosti trećeg harmonika u fazi o efektivnoj vrijednosti naponu izvora. Napon se mjeri na Wheastoneovom mostu.*

Na slikama 7.9. i 7.10. provjerili smo je li zadovoljena prethodna jednakost. Crtali smo ovisnost trećeg harmonika u odnosu na primijenjeni napon izvora, a na drugoj slici ovisnost trećeg harmonika napona u odnosu na treću potenciju napona izvora. Sve vrijednosti napona su efektivne vrijednosti. Na prvoj slici dobivamo krivulje treće potencije, a na drugoj pravce, što je u očekivanju s izrazom 7.4.



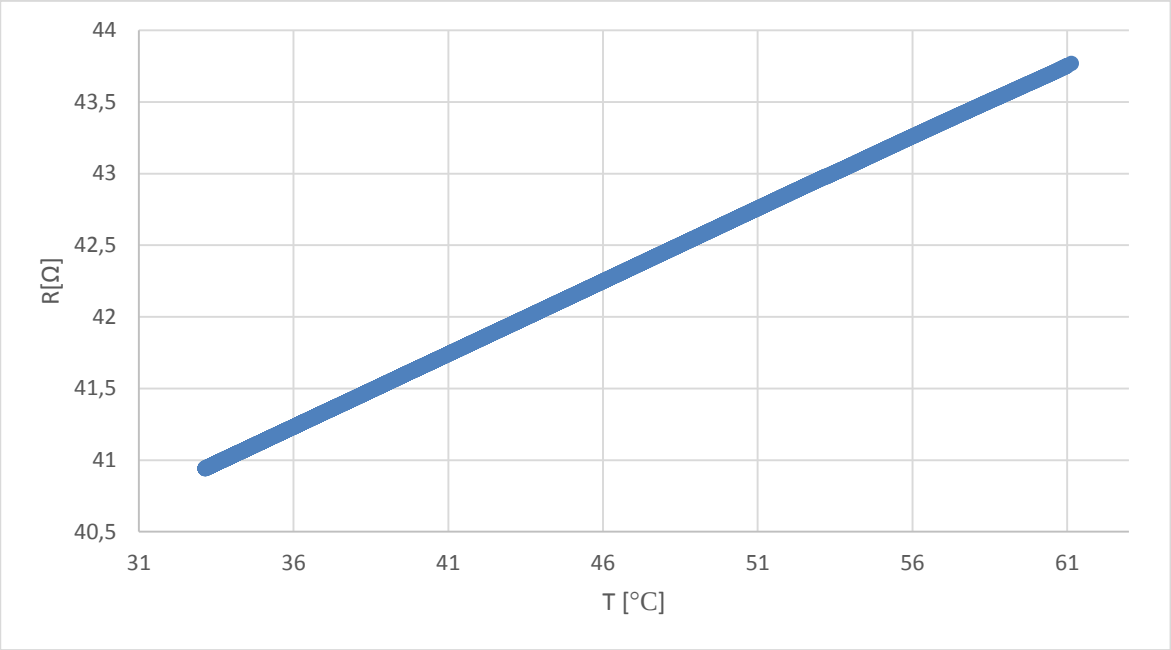
Slika 7.10. *Ovisnost efektivne vrijednosti napona trećeg harmonika u fazi o trećoj potenciji efektivne vrijednosti napona izvora. Napon se mjeri na Wheastoneovom mostu.*

Mjerenje temperaturnog koeficijenta otpora metalne trake

Kako bi izračunali temperaturni koeficijent otpora metalne trake zagrijali smo uzorak do približno 60° te smo bilježili vrijednost otpora uzorka u ovisnosti o temperaturi pri hlađenju. Iz krivulje na slici 7.11. smo odredili nagib od 0,101 Ω/K koji smo podijelili s otporom metalne trake na sobnoj temperaturi R_0 = 40,15 Ω te smo pomoću izraza

$$\beta_h = \frac{1}{R_0} \cdot \frac{dR}{dT} \tag{7.5}$$

odredili temperaturni koeficijent otpora metalne trake $\beta_h = 0{,}0025\ \mathrm{K}^{-1}$.



Slika 7.11. *Otpor metalne trake u ovisnosti o temperaturi.*

Tablica 7.1. *Vrijednosti koeficijenata toplinske vodljivosti uzorka silicija za različite efektivne vrijednosti napona izvora i temperature.*

$U[V]$	$U_0[V]$	$R_0[\Omega]$	k[W/m·K]
Sobna temperatura			
0,5 [prvo mjerenje]	0,10306	39,3	133,45
0,5 [drugo mjerenje]	0,10307	39,3	130,24
0,75	0,1559	39,56	175,26
47°			
0,75	*0,1616*	*41,5*	*166,56*

Izmjerene vrijednosti koeficijenata toplinske vodljivosti uzorka silicija za različite vrijednosti napona izvora i temperature prikazane su u tablici 7.1. U okviru odstupanja zbog eksperimentalne pogreške dobivene vrijednosti su blizu onih koje nalazimo u literaturi. Vrijednosti su istog reda veličine, s tim ako je očekivana vrijednost toplinske vodljivosti 150 W/m·K onda imamo greške mjerene veličine u odnosu na očekivanu od 11,03% do 16,84%. Pri efektivnoj vrijednosti 0,75 V mjerili smo pri sobnoj temperature te pri 47°. Možemo uočiti kako se toplinska vodljivost smanjila s temperaturom što je očekivano.

8 Zaključak

Cilj ovoga rada bio je uspostaviti tri-omega metodu za mjerenje toplinske vodljivosti te testirati metodu mjerenjem toplinske vodljivost silicija.

Prije implementacije metode proučili smo i objasnili osnovne koncepte prijenosa topline te različite načine mjerenja toplinske vodljivosti materijala. Za implementaciju metode bilo je potrebno proučiti teorijsku pozadinu te proučiti rad Lock-in pojačala, digitalnih multimetara i programskog paketa LabVIEW. Također je bilo potrebno izraditi eksperimentalni postav, što uključuje izradu Wheastoneovog mosta i grijača uzorka, posavljanje platinskog termometra te pisanje i testiranje programa za mjerenje temperaturne ovisnosti otpora metalne trake i toplinske vodljivosti silicija.

Za potrebe mjerenja napisali smo odgovarajuće programe te smo pomoću programskog paketa LabVIEW uspješno komunicirali s uređajima s kojima smo baždarili i mjerili potrebne veličine za potrebe eksperimenta. Pomoću Wheastonovog mosta smo uspješno eliminirali osnovni harmonik naponskog izvora, što nam je omogućilo dobro mjerenje njegovog trećeg harmonika, potrebnog za mjerenje toplinske vodljivosti.

Za određivanje toplinske vodljivost silicija, bilo je potrebno izmjeriti dimenzije metalne trake, njen temperaturni koeficijent otpora te efektivnu vrijednost trećeg harmonika napona na njoj. Dimenzije metalne trake smo odredili uz pomoć optičkog mikroskopa. Temperaturni koeficijent otpora mjerili smo mjerenjem otpora metalne trake pomoću digitalnog multimetra, i temperature uzorka pomoću platinskog termometra. Mjerili smo za vrijeme hlađenja uzorka, nakon zagrijavanja na temperaturu od 60 ˚C. Frekventnu karakteristiku trećeg harmonika mjerili smo za dvije efektivne vrijednosti napona izvora od 0,75 i 0,5 V te na dvije temperature 26 ˚C i 47 ˚C, koje smo stabilizirali grijanjem pomoću grijača i strujnog izvora.

Frekventna karakteristika trećeg harmonika u logaritamskoj skali frekvencija pokazuje linearni pad za frekvencije između 700Hz i 2200 Hz, što približno odgovara teorijskom proračunu za dimenzije naše metalne trake. U mjerenom intervalu od 33 ˚C i 60 ˚C električni opor metalne trake je linearna funkcija temperature iz koje smo odredili termički koeficijent otpora β_h= 0,0025 K−1, što odgovara standardnoj vrijednosti za zlato.

Izmjerena vrijednosti koeficijenata toplinske vodljivosti uzorka silicija na sobnoj temperaturi za efektivnu vrijednost napona izvora od 0,5 V iznose oko 132 W/m·K, a za napon izvora od 0,75 V su nešto više i iznose oko 175 W/m·K. Možemo ih usporediti sa vrijednošću od 150 W/m·K koju nalazimo u literaturi. Također, možemo uočiti da je izmjerena toplinska vodljivost silicija pri efektivnoj vrijednosti napona izvora od 0,75 V na temperaturi od 47 ˚C nešto manja i iznosi oko 167 W/m·K, što je u skladu s očekivanjima jer toplinska vodljivost pada s povišenjem temperature.

9 Literatura

[1] Al-Khudary, N. Application to polymer characterization using inkjet printing technology. Doktorska disertacija. Lille, France: Université Lille Nord de France.(2014).

[2] Feuchter, M. Investigations on Joule Heating Applications by Multiphysical Continuum Simulations in Nanoscale Systems. Doktorska disertacija. Karlsruhe, Germany: Karlsruhe institute of Technology.(2014).

[3] Lozano, F. M. Thermal Conductivity and Specific Heat Measurements for Power Electronics Packing Materials. Barcelona, Spain: University of Barcelona.(2005).

[4] Koninck, D, Thermal Conductivity Measurements Using the 3-Omega Technique, Doktorska disertacija. Montreal, Canada: Department od Mechanical Engineering McGill University.(2008).

[5] Kahkia, T. Silicon, URL:http://tarek.kakhia.org/periodic_table/english/Silicon_14.Tarek_Kakhia.pdf (27.09.2018.)

[6] Department of Energy, Fundamentals handbook, URL: https://sites.ntc.doe.gov/partners/tr/Training%20Textbooks/06-Thermodynamics,%20Heat%20Transfer,%20and%20Fluid%20Flow/2-Module%202-Heat%20Transfer.pdf (27.09.2018.)

[7] Overview of heat transfer, URL:http://emerald.tufts.edu/as/tampl/en43/lecture_notes/ch1.html (27.08.2018.)

[8] N. Begović, Unutarnja energija i količina topline, URL:http://nedeljko-begovic.com/teorija/td_3.html (27.08.2018.)

[9] Zhao, D., Qian, Jajja, S. A.,Yang R., X. Measurement Techniques for Thermal Conductivity and Interfacial Thermal Condutance of Bulk and Thin Film Materials. Department of Mehanical Engineering, University of Colorado, Boulder

[10] Surface characterization, URL: https://xpssimplified.com/whatisxps-surfacechar.php (07.09.2018.)

[11] Zawilski, B., Littleton, R.,Tritt, T. Measurement of small sample thermal conductivity by parallel thermal condutance technique. Department of Physics and Astronomy & Materials Science and Engineering Department

[12] Dames, C. Measuring the thermal conductivity of thin films: 3 omega and related electrothermal methods. USA, Berkeley: University of California at Berkeley.(2013.)

[13] Model SR830, DPS Lock-In Amplifier. Sunnyvale, California. (2011.).

[14] Cahill, D. Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3omega method, Review of Scientific Instruments(1990).

[15] Ursa, I. Uspostava tri omega metode. Istraživački rad. Hrvatska, Split: Sveučilište u Splitu. (2016.)

[16] Semi-metals/Metalloids, URL:http://isbchem1.pbworks.com/w/page/9206122/Semi-.Metals_E_Block (26.08.2018.)

[17] Silicon cristal structure, URL:http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/Solids/sili2.html (28.08.2018.)