

Винахід відноситься до області вимірювальної техніки, конкретно до способів визначення коефіцієнту лінійного розширення матеріалів (ТКЛР), і може бути використаний при дослідженні властивостей конструкційних матеріалів в приладобудуванні та інших галузях народного господарства.

Відомий спосіб визначення термічного коефіцієнту лінійного розширення (ТКЛР) (Авт. св. СРСР №913195, кл. G01N25/16, 1977) шляхом нанесення матеріалу на дві підкладки з одного і того ж матеріалу, але з різним відношенням товщин шару досліджуваного матеріалу і підкладки. Реєстрацію деформацій прогину системи "зразок - підкладка", що виникає при зміні температури, здійснюють шляхом вимірювання довжини зразків по лінії контакту шар - підкладка. Розрахунок середнього значення ТКЛР досліджуваного матеріалу проводять шляхом рішення системи рівнянь.

Відомий спосіб визначення ТКЛР (Авт. св. СРСР №502301, кл. G01N25/16, 1974) шляхом з'єднання досліджуваного матеріалу і порівняльного елемента з відомим значенням ТКЛР і реєстрації деформації порівняльного елемента, що виникає при зміні температури. Однак вищепописаний метод не дозволяє одержати точну температурну залежність ТКЛР у широкому температурному діапазоні, оскільки:

для визначення деформації (прогину) двох систем досліджуваного матеріалу - порівняльний елемент пропонується метод консольно закріпленої системи, який не забезпечує дрібний крок розбиття досліджуваного температурного діапазону, оскільки достовірно зареєструвати прогин консолі можна тільки при достатньо великій зміні температури. Отже в результаті застосування способу можна одержати лише усереднені значення ТКЛР в певному температурному діапазоні (наприклад, $\alpha = 4,1 \times 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ в діапазоні 0 - 100°C);

в розрахунковій формулі, наведений в прототипі, α_1 і α_2 являють собою ТКЛР двох порівняльних елементів, значення яких є усередненими в даному температурному інтервалі, що додатково підтверджує висновок про те, що даний спосіб дозволяє отримати тільки середнє значення ТКЛР матеріалу;

в даному способі необхідно використовувати два порівняльні елементи з різними ТКЛР і однаковими модулями пружності. Для забезпечення цієї умови необхідно точно підігнати модулі пружності двох порівняльних елементів. Для цього пропонується використовувати відповідну термічну обробку кожного з порівняльних елементів, що виключає можливість плавного регулювання модуля пружності і, отже, не забезпечує точну підгонку.

Все сказане обмежує точність способу визначення ТКЛР і дозволяє застосовувати його тільки для приблизної оцінки середнього значення ТКЛР.

В основу винаходу покладено завдання вдосконалити спосіб визначення ТКЛР за рахунок того, що при реєстрації деформації системи "порівняльний елемент з відомим ТКЛР (далі - елемент) - підкладка", яка виникає при зміні температури внаслідок різниці ТКЛР елемента і підкладки шляхом вимірювання опору елемента і подальшого розрахунку температурної залежності

ТКЛР, забезпечується дрібний крок розбиття температурного інтервалу, що дозволяє одержати плавну криву залежності деформації від температури, в результаті чого підвищується точність запропонованого методу.

Поставлене завдання вирішується тим, що в способі визначення ТКЛР, який полягає в тому, що з'єднують досліджуваного матеріалу і порівняльний елемент з відомим ТКЛР і реєструють деформацію порівняльного елемента, що виникає при зміні температури, згідно з винаходом, як досліджуваного матеріалу використовують підкладку, а як порівняльний елемент використовують тензорезистор; вимірюють його опір в досліджуваному інтервалі температур до закріплення і після закріплення на підкладку; вимірюють опір закріпленого на підкладку тензорезистора в досліджуваному діапазоні температур при накладанні на систему "тензорезистор - підкладка" кількох рівнів зовнішньої деформації розтягу - стиску до досягнення компенсації деформації закріпленого тензорезистора, що виникає при зміні температури, зовнішньою деформацією; визначають температурну залежність деформації закріпленого тензорезистора, що виникає при зміні температури; а температурну залежність ТКЛР досліджуваного матеріалу розраховують шляхом визначення першої похідної від температурної залежності деформації тензорезистора, що виникає внаслідок різниці ТКЛР тензорезистора і підкладки при зміні температури.

Реєстрація деформації системи "порівняльний елемент - підкладка", що виникає при зміні температури, за рахунок використання тензорезистора, а також компенсація цієї деформації зовнішньою деформацією системи "порівняльний елемент-підкладка", що виникає необхідність попереднього градування тензорезистора, дозволяють підвищити точність методу. Зазначений технічний результат (підвищення точності способу) досягається тим, що:

за порівняльний елемент в системі "порівняльний елемент - підкладка з досліджуваного матеріалу" береться тензорезистор, для якого точно відома температурна залежність ТКЛР;

означений тензорезистор є вимірювальним елементом, який дозволяє реєструвати деформацію системи "порівняльний елемент - підкладка з досліджуваного матеріалу" з високою точністю;

для реєстрації деформації системи "порівняльний елемент - підкладка з досліджуваного матеріалу" застосовується компенсаційний метод, коли деформація, що виникає при зміні температури означеної системи, компенсується зовнішньою деформацією; це виключає необхідність попереднього градування тензорезистора і, відповідно, виключає з результатів вимірювання похибку, зумовлену температурною та часовою нестабільністю градувальних характеристик тензорезистора.

Все це дозволяє отримати плавну криву точної залежності ТКЛР досліджуваного матеріалу як функцію температури, а не усереднене значення ТКЛР.

На фіг.1 наведено температурні залежності опору вільного (незакріпленого) тензорезистора з

p-Si - $R_0(T)$ та закріпленого на пружному елементі в відсутність зовнішньої деформації - $R(T, 0)$, а також при різних рівнях деформації розтягу-стискування; на фіг.2 зображено розраховані температурні залежності початкової деформації кремнієвого тензорезистора (а) та її першої похідної (б); на фіг.3 - температурну залежність ТКЛР кремнію (а) та температурну залежність ТКРЛ досліджуваного залізнікелевого сплаву (б), одержану пропонованим методом.

Спосіб визначення ТКЛР був реалізований таким чином.

Як порівняльний елемент з відомим ТКЛР був використаний напівпровідниковий тензорезистор з високим коефіцієнтом тензочутливості. В досліджуваному діапазоні температур було знято температурну залежність опору цього тензорезистора $R_0(T)$.

З досліджуваного матеріалу була виготовлена підкладка (балка) для тензометричної установки.

Елемент був закріплений на підкладці з допомогою певного адгезиву з температурою полімеризації (отвердіння) T_0 . При цьому виникає попередня деформація елемента ε_0 внаслідок різниці термічних коефіцієнтів лінійного розширення матеріалів елемента $\alpha_e(T)$ і підкладки $\alpha_n(T)$.

Якщо підкладка є достатньо масивною, а тензорезистор мініатюрним, то температурну залежність попередньої деформації можна оцінити за формулою

$$\varepsilon_0(T) = \gamma \int_{T_0}^T [\alpha_n(T) - \alpha_e(T)] dt, \quad (1)$$

де T_0 - температура полімеризації адгезива, γ - коефіцієнт передачі деформації від підкладки до елемента.

Формулу (1) можна записати в вигляді:

$$\varepsilon_0(T) = \gamma \{ [I_n(T) - I_e(T)] - [I_n(T_0) - I_e(T_0)] \} \quad (2)$$

де $I_l = \int \alpha_l(t) dt$. Якщо взяти похідну від виразу (2), то з врахуванням того, що $[I_n(T_0) - I_e(T_0)] = \text{const}$, одержимо:

$$\frac{d}{dt} \varepsilon_0(T) = \gamma [\alpha_n(T) - \alpha_e(T)], \quad (3)$$

$$\alpha_n(T) = \frac{1}{\gamma} \frac{d}{dt} \varepsilon_0(T) + \alpha_e(T), \quad (4)$$

тобто, знаючи температурну залежність деформації $\varepsilon_0(T)$, розраховуємо ТКЛР досліджуваного матеріалу $\alpha_n(T)$. Для цього в досліджуваному діапазоні температур були зняті залежності опору елементу $R(T, 0)$ при $\varepsilon = 0$ та кількох рівнях деформації розтягу та стискування $R(T, \varepsilon)$. Внаслідок різниці ТКЛР матеріалів елемента та підкладки залежності $R_0(T)$ та $R(T, 0)$ не співпадають.

Всі зняті залежності $R_0(T)$, $R(T, 0)$ та $R(T, \varepsilon)$ будуються на графіку. Визначаються точки перетину залежностей $R_0(T, \varepsilon)$ та $R(T, \varepsilon)$, які відповідають компенсації попередньої деформації елемента ε_0 зовнішньою деформацією ε при даній температурі T_i , тобто $\varepsilon_0(T_i) = -\varepsilon(T_i)$. Отриманий набір деформацій ε_0 визначає температурну залежність попередньої деформації елемента на підкладці з досліджуваного матеріалу.

Тим чи іншим способом (найкращий - це комп'ютерне моделювання) визначається перша похідна від $\varepsilon_0(T)$, яка відповідає різниці термічних

коефіцієнтів лінійного розширення досліджуваного матеріалу підкладки α_n та матеріалу - елемента (тензорезистора) α_e : $d(\varepsilon_0(T))/dt = \alpha_n(T) - \alpha_e(T)$. Оскільки залежність $\alpha_e(T)$ є відомою, температурна залежність коефіцієнту лінійного розширення досліджуваного матеріалу визначається як сума: $\alpha_n(T) = d(\varepsilon_0(T))/dt + \alpha_e(T)$. В разі потреби в розрахунках береться до уваги коефіцієнт передачі деформації від пружного елемента до тензорезистора.

Приклад застосування способу.

Потреба визначення ТКЛР виникає, наприклад, для конструкційних матеріалів виробу, який повинний експлуатуватись в широкому температурному діапазоні. Знати ТКЛР матеріалу необхідно для розрахунку температурних напружень в основних елементах конструкції виробу. В ряді випадків, наприклад при конструюванні прецизійних сенсорів, недостатньо знати усереднене значення ТКЛР матеріалу в певному температурному інтервалі, а необхідне знання температурної залежності $\alpha(T)$. В нашому конкретному випадку таким матеріалом для дослідження був залізнікелевий сплав для виготовлення п'єзорезистивного сенсору тиску рідин, в тому числі кріогенних. Отже було поставлено завдання отримати точну температурну залежність ТКЛР даного сплаву в температурному діапазоні від 77K до 300K.

При закріпленні порівняльного елемента (тензорезистора) на підкладці з досліджуваного матеріалу виникає деформація цього тензорезистора $\varepsilon_0(T)$, яка безпосередньо пов'язана з ТКЛР досліджуваного матеріалу і температурна залежність якої визначається формулою (1). Під дією цієї деформації опір тензорезистора змінюється, і крива температурної залежності опору закріпленого тензорезистора $R_0(T)$ буде відрізнятись від кривої температурної залежності вільного (незакріпленого) тензорезистора $R(T, 0)$. Якщо тепер на систему "тензорезистор - підкладка з досліджуваного матеріалу" накласти зовнішню деформацію, то при фіксованій температурі T можна досягти умови, коли зовнішня деформація тензорезистора ε буде дорівнювати деформації ε_0 , що виникає внаслідок різниці ТКЛР тензорезистора і досліджуваного матеріалу, тобто

$$\varepsilon + \varepsilon_0 = 0 \quad \text{або} \quad \varepsilon = -\varepsilon_0. \quad (5)$$

Індикатором виконання умови (5) є співпадіння опорів вільного, (незакріпленого) тензорезистора і цього ж тензорезистора, закріпленого на підкладці, під дією зовнішньої деформації ε :

$$R_0(T) = R(T, \varepsilon). \quad (6)$$

На фіг.1 зображено температурні залежності опору елемента (тензорезистора на основі ниткоподібного кристалу кремнія р-типу провідності) на підкладці з залізнікелевого сплаву. Зображено залежність $R_0(R)$ для незакріпленого тензорезистора, $R(T, 0)$ для цього ж тензорезистора, закріпленого з допомогою вініфлексного лаку ВЛ-931 з температурою полімеризації $T = 460K$, та $R(T, \varepsilon)$ для чотирьох рівней деформації розтягу $\varepsilon = 0,0003; 0,0006; 0,0009; 0,0012$ (1 - 4) та стиску $\varepsilon = -0,0003; -0,0006; -0,0009; -0,0012$ (1' - 4').

Абсциси точок перетину кривої $R(T, 0)$ та кривих 1 - 4, 1' - 4' на графіку 1 визначають температури T , при яких настає компенсація деформації системи "порівняльний елемент -

підкладка", що виникає при зміні температури, відомою зовнішньою деформацією системи "порівняльний елемент - підкладка" (в нашому прикладі таких точок чотири: 77К, 160К, 240К і 300К при зовнішніх деформаціях відповідно 0,0012, 0,0009, 0,0006, 0,0003), що відповідає деформації ε_0 системи "порівняльний елемент - підкладка", яка виникає при зміні температури, відповідно -0,0012, -0,0009, -0,0006 та -0,0003. В нашому випадку одержано перетин кривої $R(T, \varepsilon)$ тільки з кривими 1 - 4, однак в загальному випадку (інший матеріал, ТКЛР якого необхідно визначити) слід очікувати більшої кількості точок перетину.

Одержані точки T (аргумент) і відповідні їм значення ε_0 (функція) сформували стандартний файл таблиці даних, який було введено в комп'ютер для подальшої обробки з допомогою програмного пакету NUMER1 (автор Штюфнер). Комп'ютерна обробка включала наступні етапи:

функціональну залежність $\varepsilon_0(T)$ апроксимовано гладкою кривою методом сплайн-апроксимації (для зручності подальшого диференціювання) (фіг.2а);

побудовано графік першої похідної $\varepsilon_0(T)$ по температурі - крива на фіг.2б;

на основі літературних даних (Новикова С.И. Тепловое расширение твердых тел. - М.: Наука, 1974. - 292с.) сформовано файл таблиці даних по ТКЛР кремнію (матеріал тензорезистора) в температурному діапазоні 77 - 400К, які також було апроксимовано гладкою кривою (фіг.3а);

знайдено суму двох функцій $d(\varepsilon_0(T))/dT$ і $\alpha_e(T)$, яка відповідає функціональній залежності ТКЛР досліджуваного матеріалу (залізонікелевого сплаву) від температури в досліджуваному діапазоні (крива на фіг.3б).

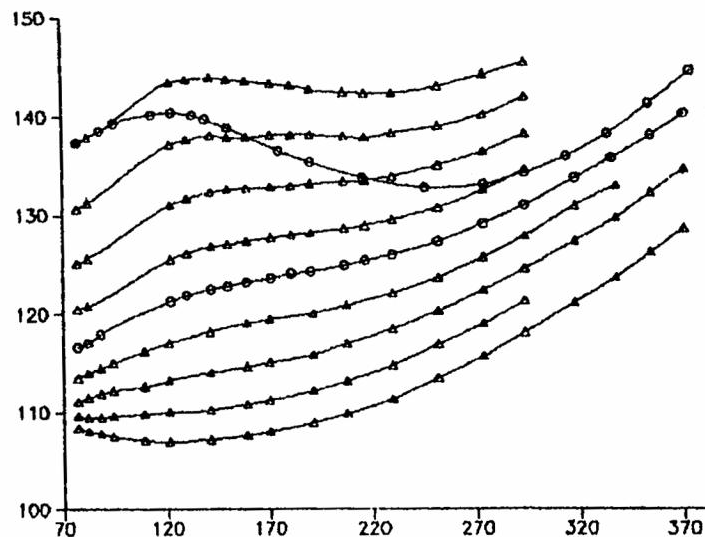
Слід зауважити, що для досягнення вищої точності необхідно проводити вимірювання залежностей $R(T, \varepsilon)$ тензорезистора для якнайбільшої кількості рівнів деформації. Але навіть при невеликій кількості рівнів деформації (в нашому конкретному, прикладі - чотирьох) можна визначити $\alpha(T)$ з точністю, яка є достатньою для оцінки термічних напружень в елементах конструкцій, виготовлених з досліджуваного матеріалу.

Використана в даному експерименті тензометрична установка (Марьямова И.И., Каретникова Е.Н., Яцюк Ю.С. Исследование тензорезистивных свойств кремния р-типа при низких температурах. Физическая электроника. Респ. межвед. науч.-тех. сб. - Львов: Вища шк., 1983. - Вып.26. - С.28 - 32) забезпечувала ступінчасте завдання зовнішньої деформації. Якщо тензометрична установка дозволяє плавно задавати деформацію, то методика проведення вимірювань значно спрощується: в кожній точці температурного діапазону необхідно шляхом плавного регулювання деформації досягти умови (6) і зафіксувати деформацію ε , при якій ця умова настає. Це виключає необхідність побудови графіків типу зображеного на фіг.1 і визначення точок перетину кривих, а відразу задає криву $\varepsilon_0(T)$ (фіг.2а), яка може бути як завгодно плавною, оскільки може бути встановлений як завгодно малий крок розбиття досліджуваного температурного інтервалу.

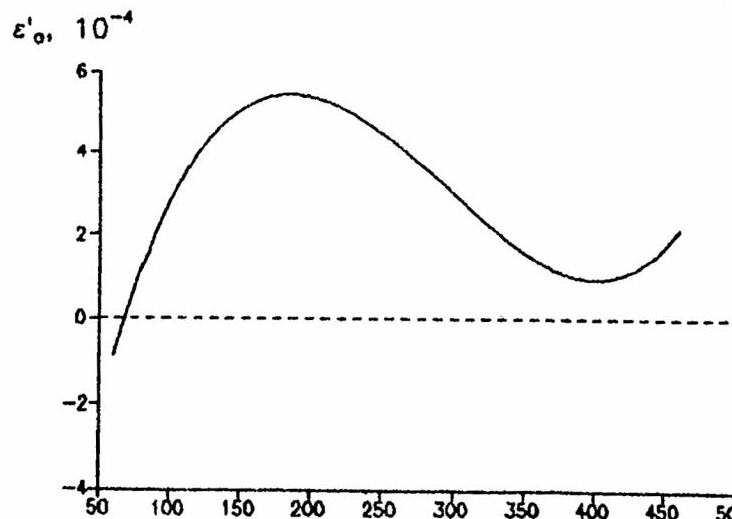
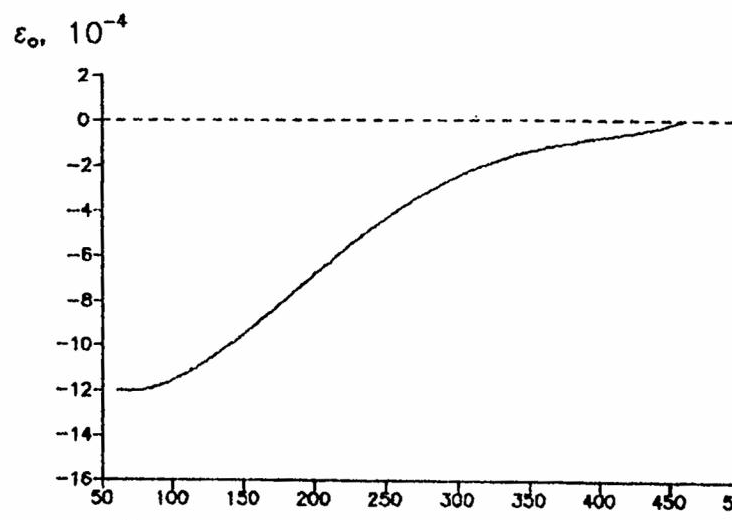
При дослідженні $\alpha(T)$ матеріалу з КЛР меншим, ніж КЛР матеріалу тензорезистора або при використанні тензорезистора з від'ємним

коефіцієнтом тензочутливості (наприклад n-Si, n-Ge), для одержання точок перетину кривих $R_0(T)$ і $R(T, \varepsilon)$ вимірювання слід проводити при деформаціях стиску, що в багатьох випадках спрощує задачу.

R, Ω



Фіг. 1



Фіг. 2

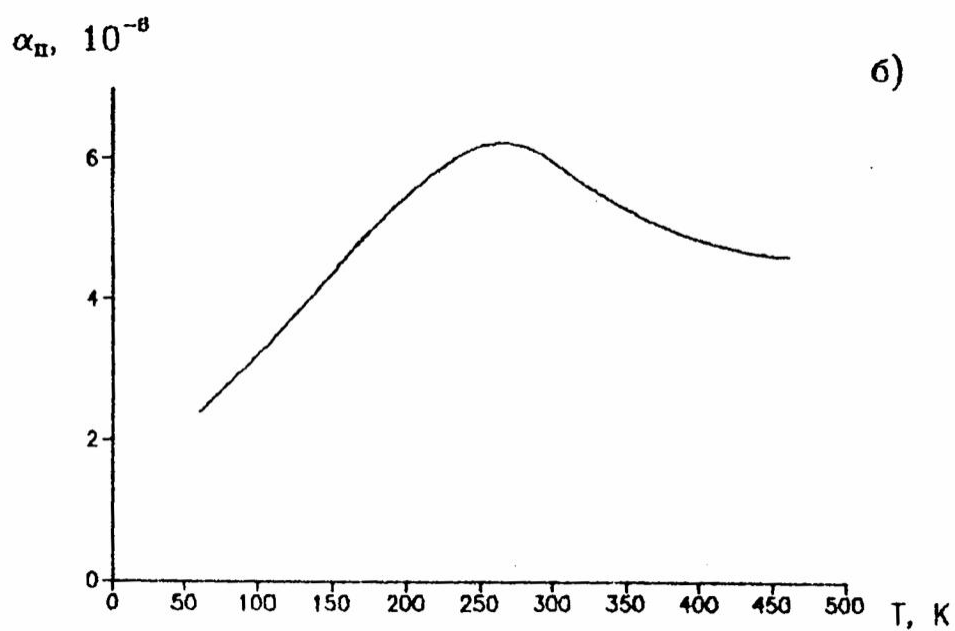
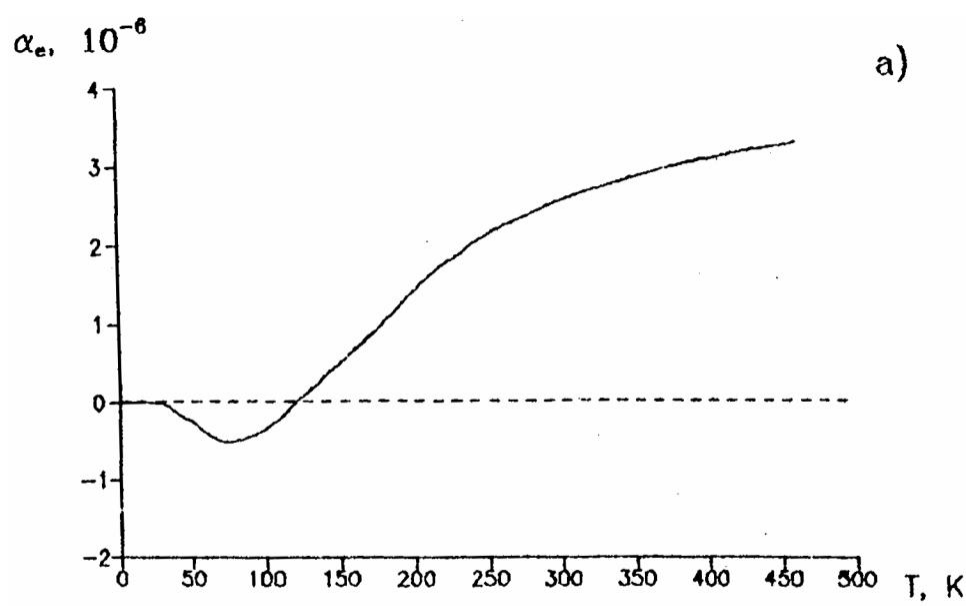


Fig. 3