

# Aparatura za mjerenje električnog otpora u temperaturnom rasponu od 300 K do 670 K

---

Šćurla, Josipa; Pranić, Petra; Puljas, Ana; Bilušić, Ante

*Source / Izvornik:* **Common Foundations 2018 - uniSTem: 6th Congress of Young Researchers in the Field of Civil Engineering and Related Sciences, 2018, 224 - 231**

**Conference paper / Rad u zborniku**

*Publication status / Verzija rada:* **Published version / Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)**

<https://doi.org/10.31534/CO/ZT.2018.31>

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:123:181313>

*Rights / Prava:* [Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International/Imenovanje-Nekomercijalno-Bez prerada 4.0 međunarodna](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-10**



*Repository / Repozitorij:*

[FCEAG Repository - Repository of the Faculty of Civil Engineering, Architecture and Geodesy, University of Split](#)



## Aparatura za mjerenje električnog otpora u temperaturnom rasponu od 300 K do 670 K

Josipa Šćurla<sup>1</sup>, Petra Pranić<sup>1</sup>, Ana Puljas<sup>2</sup>, Ante Bilušić<sup>1</sup>

(1) Prirodoslovno-matematički fakultet u Splitu, Ruđera Boškovića 33, 21000 Split, Republika Hrvatska, [jscurla@pmfst.hr](mailto:jscurla@pmfst.hr)

(2) Sveučilište u Splitu, Poljička cesta 35, 21000 Split, Republika Hrvatska

### Sažetak

U ovom radu prikazujemo aparaturu za mjerenje električnog otpora uzoraka duljine do 5 mm. Okruženje se sastoji od eksperimentalne aparature i programske podrške za kontroliranje eksperimenta, a dostupni raspon temperatura je od sobne temperature do 670 K. Eksperimentalna aparatura sastoji se od peći, ručno izrađenog nosača koji može istovremeno nositi dva uzorka te potrebnih mjernih uređaja. Mjerenje se izvodi u argonovoj atmosferi. Na temperaturnom području 320 K – 670 K potpuno je automatizirano, uz mogućnost mijenjanja svih parametara tijekom izvođenja mjerenja.

*Ključne riječi: električni otpor, visokotemperaturno mjerenje*

## An environment for high-temperature measurement of electrical resistance from 300 K to 670 K

### Abstract

In this work we present a complete environment for high-temperature measurement of electrical resistance for samples of maximum length of 5 mm. The environment consists of experimental apparatus and appropriate program support. Available temperature range is from room temperature to 670 K. Apparatus consists of an oven, handmade sample stick that can place two samples at the same time and needed measurement devices. Measurements are conducted in an argon atmosphere. On temperature range 320 K - 670 K measurement is completely automatised, with the possibility of changing all measurement parameters dynamically.

*Keywords: electrical resistance, high-temperature properties*

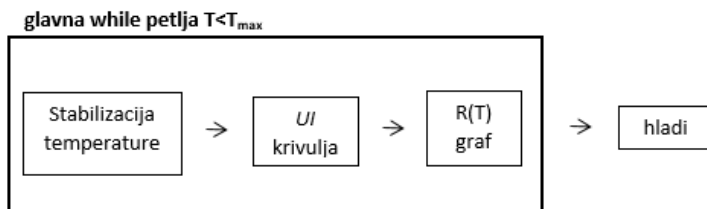
## 1. Uvod

Svojstva modernih tehnoloških uređaja (dugovječnost, cijena, dimenzije, mogućnosti) određena su materijalima od kojih su uređaji napravljeni. Stoga je moderna industrija u neprestanoj potrazi za materijalima veće kemijske i mehaničke stabilnosti, poželjnih transportnih svojstava, a koji su istovremeno, kako bi se smanjio trošak proizvodnje, široko dostupni ili barem jeftino proizvedivi. Najvažniju ulogu u prvoj fazi potrage za materijalima sa superlativnim karakteristikama imaju upravo znanstvenici u znanstvenim laboratorijima. Na temelju njihovih inicijalnih ispitivanja pojedinog materijala određuje se isplativost daljnjeg ulaganja u njegov razvoj te općenito buduća tržišna kretanja.

Na osnovi svega navedenog, smatramo bitnim osposobljavanje laboratorija za visokotemperaturno ispitivanje materijala na Prirodoslovno-matematičkom fakultetu u Splitu. Osnivanjem laboratorija želimo pridonijeti jačanju suradnje sveučilišnih sastavnica te posljedično još boljem pozicioniranju Sveučilišta u Splitu na državnoj, ali i svjetskoj znanstvenoj i gospodarskoj karti.

## 2. Koncept mjerenja električnog otpora

Uspostavljeno okruženje za ispitivanje visokotemperaturnog električnog otpora sastoji se od eksperimentalne aparature i programske podrške za kontroliranje eksperimenta [1]. Osnovni princip je mjerenje električnog otpora uzorka preko njegove karakteristične strujno-naponske ( $UI$ ) krivulje na različitim temperaturama (Slika 1).



**Slika 1.** Koncept mjerenja električnog otpora uzorka na temperaturama višima od sobne,  $T_{max}$  je konačna temperatura mjerenja

Mjerenje se provodi u proizvoljnom rasponu temperatura od početne ( $T_{min}$ ) do konačne ( $T_{max}$ ) uz proizvoljni temperaturni korak. Na svakoj se temperaturi prvo provodi stabilizacija temperature u okruženju uzorka, pri čemu su parametri koji su odgovorni za preciznost stabilizacije, kao i svi ostali parametri mjerenja, dinamički promjenjivi. Nakon stabilizacije temperature odvija se mjerenje  $UI$  krivulje uzorka za odabrane vrijednosti struje te se iz  $UI$  krivulje, prema Ohmovom zakonu, metodom najmanjih kvadrata računa vrijednost otpora uzorka na trenutnoj temperaturi. Nakon završenog mjerenja povisuje se temperatura te se pokreće njena stabilizacija i ponavlja proces mjerenja. Nakon što se obavi mjerenje na posljednjoj temperaturi,  $T_{max}$ , slijedi automatizirano hlađenje aparature. Svi dijelovi procesa mjerenja (stabilizacija temperature u vremenu -  $T(t)$  ovisnost,  $UI$  krivulja i  $R(T)$  ovisnost) zapisani su u pripadne zasebne datoteke radi kasnije analize rezultata mjerenja. Tijek

izvedbe mjerenja prati se u realnom vremenu preko odgovarajućih grafova - grafa za temperaturnu stabilizaciju, grafa za  $UI$  krivulju te glavnog grafa koji prikazuje ovisnost otpora o temperaturi.

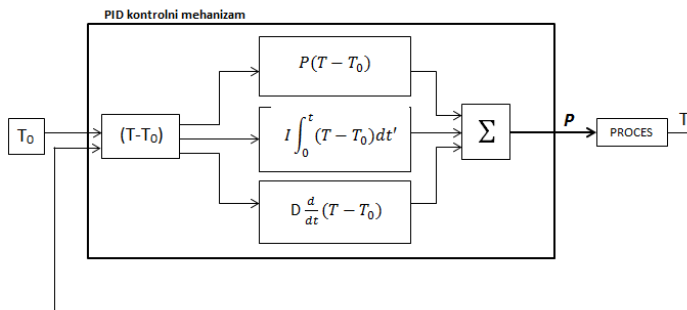
Program za kontrolu eksperimenta pisan je u programskom okruženju LabView 2016. Podijeljen je u smislene podcjeline, a svaka podcjelina je zaseban modul, tako da se moduli programa mogu koristiti u drugim programima ili zasebno (npr. kada želimo samo postići određenu temperaturu u peći pokrećemo modul temperaturne stabilizacije).

## 2.1. Prvi modul: Temperaturna stabilizacija

Kontrola temperature u peći vrši se pomoću PID mehanizma [2], koji je zbog svoje jednostavnosti široko primjenjiv za kontroliranje različitih varijabli nekog sustava, poput tlaka, brzine ili u našem slučaju temperature. Temperatura se kontrolira preko snage grijača peći  $P$ :

$$P = P(T_0 - T) + I \int_0^t (T_0 - T) dt' + D \frac{d}{dt} (T_0 - T). \quad (1)$$

Glavna varijabla pri kontroli je odstupanje trenutne temperature  $T$  od željene  $T_0$ ,  $\Delta T = (T_0 - T)$ . Provjera odstupanja vrši se u mnogobrojnim iteracijama i u svakoj iteraciji se preko izraza (1) vrši podešavanje snage grijača peći. Izraz (1) ima tri člana: proporcionalni, integralni i član derivacije, odakle dolazi akronim PID. Proporcionalni član pridonosi snazi, direktno proporcionalan trenutnom odstupanju, te stoga služi za grubo podešavanje snage grijača. Fina popravljajna vrše se preko  $I$  i  $D$  članova: integralni član akumulira grešku od početka kontroliranja procesa, što nakon mnogih iteracija uzrokuje smanjenje ukupnog odstupanja temperature od  $T_0$ . Član  $D$  značajno pridonosi kada derivacija stabilizacijske krivulje  $T(t)$  ima značajnu vrijednost, odnosno on vodi računa o neželjenim naglim promjenama procesa stabilizacije i korigira ih.



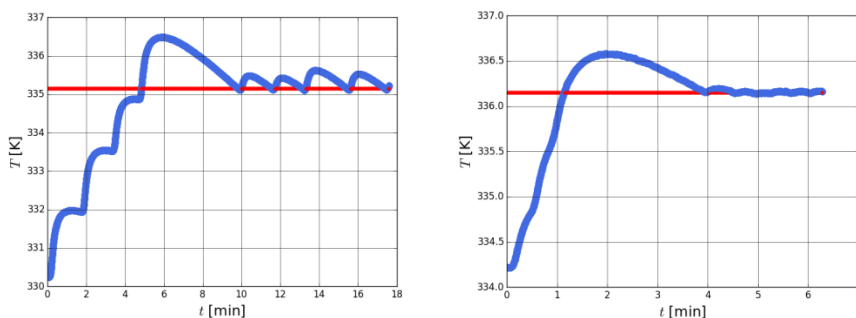
**Slika 2.** PID mehanizam za kontrolu temperature u peći.  $T$  je trenutna,  $T_0$  željena temperatura, a  $P$ ,  $I$  i  $D$  su parametri u PID mehanizmu stabilizacije temperature.

Pri implementaciji PID mehanizma treba odrediti vrijednosti  $P$ ,  $I$  i  $D$  parametara. Za njihovo određivanje postoje razna korisna empirijska pravila i preporuke, no parametri najvećim dijelom ovise o sustavu kojim se želi upravljati. Konkretno,  $P$ ,  $I$  i  $D$  parametre treba prilagoditi s obzirom na materijale i dimenzije peći, odnosno na njihova fizikalna svojstva (toplinski kapacitet). Budući da je peć vrlo složen sustav, optimalni  $P$ ,  $I$  i  $D$  parametri

pronađeni su kombinacijom preporuka i metode pokušaja i pogrešaka [2]. Relacija (2) prikazuje pronađenu empirijsku ovisnost optimalnih PID parametara o temperaturi za korištenu peć:

$$P = 1 \quad I = -0.1 \cdot T_0 + 64.8 \quad D = I/4.1\dot{6}. \quad (2)$$

Kvalitetu temperaturne stabilizacije određujemo pomoću karakteristika krivulje stabilizacije: perioda stabilizacije, maksimalnog prekoračenja (ili nedostizanja) željene temperature te perioda i amplitude preostalih oscilacija temperature nakon stabilizacije. Na Slici 3 lijevo prikazan je primjer loše krivulje stabilizacije koja je dobivena tijekom pronalaženja PID parametara, dok je desno prikazana stabilizacija ostvarena relacijom (2).



**Slika 3.** Primjer loše (lijevo) i dobre stabilizacije (desno) temperature u peći. Kod loše stabilizacije ciljana vrijednost temperature (335.15 K, crvena linija) postignuta je neodgovarajućim PID parametrima 1, 2.5, 1.25. Ciljana vrijednost (336.15 K) dobre stabilizacije postignuta je optimalnim PID parametrima prema pronađenoj empirijskoj relaciji (2).

Lijevi graf pokazuje premašivanje ciljane temperature za više od 1 K i ostvarivanje stabilizacije nakon deset minuta, uz preostale oscilacije s amplitudom od pola stupnja. S ovakvom stabilizacijom za obavljanje mjerenja od 300 K do 670 K u koracima po 2 K samo za stabilizaciju svih temperatura, trebalo bi 30.8 sati, odnosno više od jednog punog dana [1]. Ovakav ritam mjerenja nije dovoljno brz. Relacijom (2) na istom temperaturnom području postignuta je stabilizacija u četiri minute (Slika 3 desno), uz premašivanje temperature od samo pola stupnja te vrlo male amplitude oscilacija.

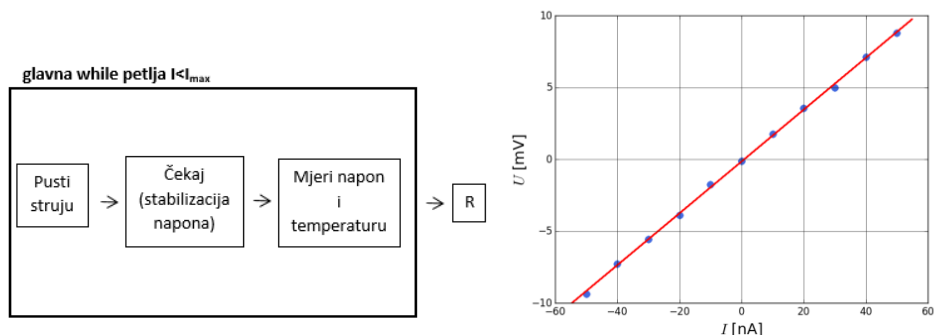
**Tablica 4.** Srednja vrijednost i standardna devijacija karakteristika stabilizacije temperature prema relaciji (2): vrijeme stabilizacije  $T_{stab}$ , maksimalno premašivanje temperature  $A_{max}$ , amplituda i period oscilacija nakon stabilizacije  $A_{osc}$  i  $T_{osc}$ . Korak temperature je 5 K, a brzina promjene temperature 2K/min.

T[K]	$T_{stab}$ [min]	$A_{max}$ [K]	$A_{osc}$ [K]	$T_{osc}$ [s]
321.15-431.15	4.59±0.84	0.31±0.16	0.07±0.04	29.35±9.2
436.15-671.15	3.41±0.3	0.44±0.16	0.17±0.05	25.88±2.6

Iz Tablice 1 vidimo da je prosječno vrijeme stabilizacije uvijek ispod 5 minuta (do  $\approx 430$  K je  $(4.6 \pm 0.8)$  min, odnosno iznad  $\approx 430$  K  $(3.4 \pm 0.3)$  min). Skraćenje  $T_{\text{stab}}$  je očekivano. Prosječno maksimalno prekoračenje  $T_0$  je ispod pola stupnja ( $(0.3 \pm 0.2)$  K za niže,  $(0.4 \pm 0.2)$  K za više temperature) što je zadovoljavajuće. Prosječna amplituda i period oscilacija dovoljno su mali kako bi se mogla proglašiti jako dobra prosječna stabilizacija temperature, a porast amplitude i skraćenje perioda na višim u odnosu na niže temperature u skladu je s očekivanim porastom fluktuacija. Temperaturno područje ispod  $\approx 320$  K nije moguće dobro stabilizirati relacijom (2) te je potrebna ručna kontrola stabilizacije.

## 2.2. Drugi modul: Mjerenje otpora preko UI krivulje

Prema Ohmovom zakonu  $U = R \cdot I$ , otpor možemo shvatiti kao nagib izmjenjenog  $UI$  pravca koji dobivamo puštanjem istosmjernje struje uzorkom i mjerenjem napona. Prije mjerenja napona može se uvesti stanica (obično nekoliko sekundi) kako bi se osigurao stabilan mjereni napon.



**Slika 4.** Lijevo: dijagram toka za mjerenje otpora uzorka preko njegove  $UI$  krivulje. Desno: primjer tipične  $UI$  krivulje za kompozitni materijal SU8+grafen na temperaturi 467 K. Izračunati otpor je 0.18 k $\Omega$ .

Postupak se ponavlja za zadane vrijednosti struja, a obično se uzima simetrični raspon struja u oba smjera, uobičajeno 10-20 vrijednosti (Slika 4 desno). Iz  $UI$  krivulje metodom najmanjih kvadrata računa se otpor uzorka na toj temperaturi, podaci se zapisuju te se prelazi na sljedeću temperaturu. Pri svakom mjerenju napona mjeri se i zapisuje i temperatura te se iz niza temperatura računa srednja vrijednost temperature koja se pridružuje izračunatom otporu.

## 3. Eksperimentalna aparatura

Aparatura (Slika 7) se sastoji od peći, nosača uzorka, staklene cijevi i sustava cijevi za osiguranje inertne argonove atmosfere u okolini uzorka, mjernih uređaja (multimetri, voltmetri, strujni izvor) te stolnog računala opremljenog GPIB karticom (nije prikazano na Slici 7).

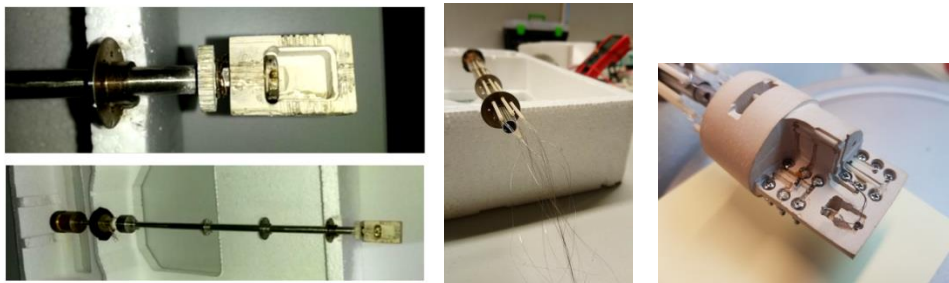
### 3.1. Peć

Marka peći je Carbolite Gero, tip MTF 12/38/250, s ugrađenim programatorom Eurotherm (model 3216). Maksimalna temperatura peći je oko 1450 K. Cilindar peći je vanjskog promjera 20 cm i unutarnjeg promjera 4 cm. Osim direktno preko programatora, peći se može upravljati i njenim spajanjem na računalo putem serijskog sučelja, što je i napravljeno zbog praktičnosti i lakše kontrole mjerenja. Osposobljavanje peći sastojalo se od reinstalacije *firmwarea* te ponovnog baždarenja temperaturne skale, kao i već navedenog pisanja programa za kontrolu temperature.

### 3.2. Nosač uzorka

Ranije korišteni nosač uzorka sastojao se od glavne cijevi duljine oko 40 cm i promjera 1,5 cm, donjeg kraja nosača i glave nosača. Oko glavne cijevi bile su postavljene keramičke cjevčice, pričvršćene metalnim prstenima, kroz koje su provedene zlatne žice od donjeg kraja nosača do glave nosača. U donjem kraju nosača zlatne žice su se spajale sa snopom bakrenih žica preko kojih se dalje nosač spajao s razvodnom kutijom i mjernim instrumentima. Na glavi nosača provedene zlatne žice bile su pripremljene za spoj s uzorkom.

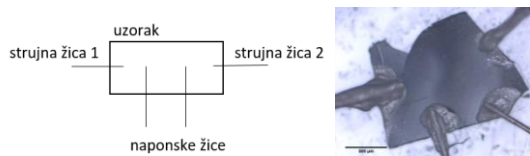
Taj je nosač uzorka velikim dijelom bio oštećen te je napravljena potpuna reparacija nosača. Za te svrhe nosač je ogoljen, kako je prikazano na Slici 5 lijevo.



**Slika 5.** Lijevo: ranije korišteni nosač uzorka (dolje) i uvećana glava ranije korištenog nosača uzorka (gore). Sredina: nove keramičke cjevčice kroz koje su provedene platinske žice. Desno: nova glava uzorka s jednim postavljenim uzorkom.

Na glavnu cijev postavljene su četiri nove keramičke cjevčice ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , [3]) i kroz njih šesnaest platinskih žica promjera 100  $\mu\text{m}$  (Slika 5. sredina). Kraj žica pri dnu nosača uzorka zalemljen je s bakrenim žicama te izoliran GE Varnish izolacijskim lakom. Napravljena je nova glava na kojoj su predviđena dva postolja za uzorke i postolje za termometar između uzoraka (Slika 5 desno). Svako postolje ima na raspolaganju šest kontaktnih točki koje su ostvarene na sljedeći način: dovedene platinske žice omotane su svaka oko svog vijka te su zajedno pričvršćene u predviđene šupljine na glavi u dva reda po tri vijka, tvoreći tako postolje uzorka. Nova glava ima oblik valjka promjera 3.5 cm i načinjena je od *lave* koja je nakon formiranja zapečena na temperaturi 1300 K u trajanju od 45 min [4]. Na glavi su prethodno načinjene dodatne rupe kako bi se spriječilo pucanje tijekom pečenja. Unutar

glave cementom su pričvršćene prethodno oblikovane male keramičke cjevčice kako bi se osigurala međusobna izolacija platinskih žica u glavi. Termometar na glavi je platinski, marke Lake Shore, tip Pt-100, model PT-111-3S [5]. Sastoji se od platinske žice u staklenoj ampuli na kojoj se nalazi zaštitni sloj i smije se zagrijati najviše do 673 K (stoga navedeno temperaturno područje). Termometar je sa četiri žice preko nosača spojen na multimeter kojim mu se mjeri otpor te se potom preko baždarne krivulje može dobiti temperatura na glavi nosača. Da bi se uzorak postavio na glavu, potrebno ga je pripremiti prema shemi na Slici 6.

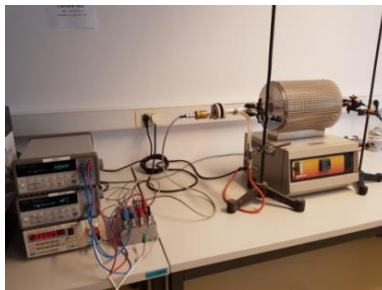


**Slika 6.** Lijevo: shema pripremljenog uzorka. Desno: pripremljeni uzorak SU8+grafen

Na uzorak prema shemi na Slici 6 lijevo trebaju se pričvrstiti dvije strujne i dvije naponske žice. Kod testnih mjerenja korištene su zlatne žice promjera  $50\ \mu\text{m}$ , pričvršćene srebrnom pastom (DuPont 4929, [6]). Pripremljeni uzorak treba ostaviti 24 h na sobnoj temperaturi da se kontakti osuše, prema uputama [6]. Zlatne žice potom se oblikuju tako da budu nosači uzorka te se postavljaju na glave vijaka na glavi nosača i ponovno spajaju srebrnom pastom uz isti tretman učvršćivanja.

### 3.3. Postavljanje aparature

Nosač s pripremljenim uzorkom stavlja se u staklenu cijev, a sve zajedno u cilindar peći. Cijev služi za osiguravanje inertne argonove atmosfere u okolini uzorka. Cijev se dobro zatvara s jedne strane pomoćnim hvataljkama (lijevi kraj nosača – Slika 7), dok se s druge strane na otvor cijevi stavlja elastični balon koji služi kao pomični klip zbog ekspanzije argona pri zagrijavanju. Nosač se spaja s razvodnom kutijom koja se potom spaja s multimetrom koji mjeri otpor termometra na glavi nosača, strujnim izvorom kojim se pušta struja kroz uzorak te voltmetrom kojim se mjeri napon na uzorku. Mjerni instrumenti su dalje spojeni sa stolnim računalom kojim se upravlja mjerenjem.



**Slika 7.** Aparatura za visokotemperaturna mjerenja na Odjelu za fiziku PMF-a u Splitu



## **4. Zaključak**

Uspostavljeno je cjelovito automatizirano okruženje za visokotemperaturno ispitivanje električnog otpora na temperaturama od 300 K do 670 K. Dijelovi procesa mjerenja poput kontroliranja peći mogu se koristiti samostalno te je time osiguran temelj za buduće izvođenje ovakvih i složenijih vrsta mjerenja, a odabirom prikladnih mjernih uređaja, može se i proširiti dostupno temperaturno područje.

## **Literatura**

- [1] Šćurla, J.: Visokotemperaturna svojstva električnog otpora kompozita SU8 + grafen, diplomski rad, Prirodoslovno-matematički fakultet Sveučilišta u Splitu, 2018.
- [2] Šćurla J.: Upravljanje eksperimentalnim uređajem – peći u programskom okruženju LabView, istraživački rad
- [3] Friatec tubes and insulation rods for thermal processes, <https://www.friatec.de/content/friatec/en/Ceramics/FRIALIT-DEGUSSIT-Oxide-Ceramics/High-Temperature-Technology/tubesandinsulationrods/index.html>, 29.06.2018.
- [4] Lava Firing Guide, <https://www.ceramics.net/products-services/materials/grade-a-lava/lava-firing-guide>, 29.08.2018.
- [5] Lake Shore Platinum RTDs, <https://www.lakeshore.com/products/Cryogenic-Temperature-Sensors/Platinum-RTDs/Models/Pages/Specifications.aspx>, 26.08.2018.
- [6] DuPont Conductive Silver Compositions for General Purpose Air-Dry Applications, <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/electronic-and-electrical-materials/documents/prodlib/AirDryAgSelectorGuide.pdf>, 26.08.2018.