

Wybrane dyskretne elementy półprzewodnikowe jako czujniki temperatury cieczy pod wysokim ciśnieniem

JANUSZ NURKOWSKI

Instytut Mechaniki Górotworu PAN, ul. Reymonta 27; 30-059 Kraków

Streszczenie

Osprzęt komory ciśnieniowej aparatu GTA-10 nie jest przystosowany do pomiaru temperatury cieczy ją wypełniającej za pomocą termopary. Temperatura ta zmienia się o kilkadziesiąt stopni podczas kompresji i dekompresji cieczy, co wpływa na właściwości próbek badanych materiałów i czujników pomiarowych. Ponadto zmiany temperatury można wywoływać celowo, badając jej wpływ na próbki. Konieczność pomiaru temperatury w komorze skłoniła do testowania wybranych dyskretnych elementów półprzewodnikowych, które można byłoby użyć do tego. Czujnikiem wzorcowym była termopara miedź-konstantan, dla której wykonano specjalny przepust ciśnieniowy w korku kory. Po wstępnej selekcji do szczegółowych badań wytypowano diodę LED świecąca niebiesko oraz czujnik KTY przewidziany do pomiarów temperatury w ciśnieniu normalnym. Badania te, szczegółowo opisane poniżej, wykazały pełną ich przydatność do wspomnianych celów.

Słowa kluczowe: pomiar temperatury, wysokie ciśnienie, czujniki temperatury, półprzewodniki

1. Wstęp

Znaczną część badań właściwości skał wykonuje się w komorze ciśnieniowej, w której próbka badanego materiału poddawana jest ciśnieniu hydrostatycznemu przez zanurzenie w cieczy wypełniającej komorę i sprężenie jej. Podczas sprężania i rozprężania cieczy zmienia się jej temperatura w stopniu zależnym od szybkości zmian ciśnienia i wymiany ciepła ze ścianami komory oraz resztą otoczenia. Zmiany temperatury oddziałują na próbkę zmieniając jej wymiary i inne właściwości fizyczne oraz na czujniki pomiarowe, w które wyposażona jest próbka, powodując ryzyko wystąpienia błędów pomiarowych. Ponadto zmiany temperatury mogą być wywoływane celowo i wtedy absolutnie niezbędny jest jej pomiar. Na przykład w urządzeniu GTA-10 osiąga się ciśnienie do 400 MPa, a zmiany temperatury podczas sprężania i rozprężania cieczy mogą dochodzić do $\pm 50^{\circ}\text{C}$.

Pomiaru temperatury w tych okolicznościach można dokonać termoparą, na wskazania której ciśnienie wpływa w niewielkim stopniu, bo około $\pm 0,1^{\circ}\text{C}/100\text{ MPa}$ w zależności od jej typu. Już Bridgman w 1918 r. podał wpływ ciśnienia na siłę termoelektryczną wielu metali w zakresie do 100°C i 1200 MPa [1]. Eksperyment Bridgman'a polegał na oddziaływaniu ciśnienia na fragment jednorodnego drutu wobec istnienia gradientu temperatury w części poddanej ciśnieniu i w ciśnieniu normalnym a opisany jest szczegółowo np. w [2]. Dane te nie obejmowały jednak metali powszechnie stosowanych w termoparach dla wyższych temperatur, takich jak chromel-alumel i platyna-platynorod. Badania takie wykonali w komorze wypełnionej talkiem Getting i Kennedy w 1970 r. [2], zwiększając badany zakres do 1000°C i 3300 MPa. Z badań Bridgman'a wnioskować można, że termopara miedź-konstantan zawyża pomiar temperatury o $0,1^{\circ}\text{C}$ przy 100°C na każde 100 MPa i zależności te można uznać za liniowe względem ciśnienia i temperatury. Natomiast według Getting'a i Kennedy'ego termopara platyna-platynorod w ciśnieniu 1000 MPa zaniża pomiar około $2,6^{\circ}\text{C}$ przy 200°C , $6,3^{\circ}\text{C}$ przy 500°C i $9,0^{\circ}\text{C}$ przy 1000°C a wartości te wzrastają prawie liniowo aż do ciśnienia 3000 MPa. Dla złącza chromel-alumel wpływ ciśnienia do 3000 MPa i dla temperatur do 400°C jest bardzo mały, bo powoduje zaniżanie wskazań około $0,03^{\circ}\text{C}/100^{\circ}\text{C}$, poczym przy temperaturze 600°C błędy zmieniają znak

i wskazania są wyższe od rzeczywistych o około 0.1°C na każde 100°C lub 100 MPa . Należy stwierdzić, że termopara chromel-alumel jest mniej wrażliwa na ciśnienie w porównaniu do termopary platyna-platynorod, a także ma czterokrotnie większą czułość temperaturową od niej, lecz wpływ ciśnienia mocno zwiększa się wraz z temperaturą po przekroczeniu 800°C .

Jak widać termopara nie jest idealnym czujnikiem do pomiaru temperatury w tych warunkach, a poza tym jej stosowanie wiąże się z kilkoma niedogodnościami:

- sygnał napięciowy z termopary jest bardzo słaby (dziesiątki $\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$) i konieczne jest jego wzmocnienie precyzyjnymi wzmacniaczami pomiarowymi,
- trzeba stabilizować temperaturę spoiny odniesienia lub stosować specjalizowane układy elektroniczne współpracujące z konkretnym typem termopary np. AD594, godząc się na błędy kalibracji od ± 1 do $\pm 3^{\circ}\text{C}$
- ciśnieniowe przepusty elektryczne w ścianie komory muszą być wykonane z tego samego metalu co termopara, podczas gdy w aparacie GTA-10 wszystkie przepusty są miedziane więc pomiar temperatury z jej wykorzystaniem jest niemożliwy.

Wobec niemożności skorzystania z termopary, w 1996 r. podjęto próbę zastosowania typowych dyskretnych elementów półprzewodnikowych do pomiaru temperatury cieczy w komorze, wykorzystując znane zjawisko zależności napięcia polaryzacji złącza p-n od temperatury. Takie czujniki są powszechnie stosowane w pomiarach temperatury do około 150°C , w mediach o ciśnieniu normalnym. Wiadomym jest [3], że przerwa energetyczna między pasmem podstawowym a przewodzenia wzrasta z ciśnieniem dla germanu, a dla krzemu maleje, w obu przypadkach liniowo, około 0.1 V/GPa , w zakresie do 3 GPa , powodując błędy systematyczne w pomiarze temperatury rzędu kilku stopni na 100 MPa . Istniała szansa, że szczególnie wśród diod świecących wykonanych z innych półprzewodników o różnorodnym sposobie domieszkowania znajdzie się taka, w której ciśnienie będzie zmieniało napięcie polaryzacji złącza p-n się w mniejszym stopniu. W tym celu należało zbadać wpływ ciśnienia hydrostatycznego kilkuset MPa na własności metrologiczne tych elementów i na trwałość doprowadzeń elektrycznych. Badaniami również objęto termistory NTC oraz wiele typów tranzystorów i diod prostowniczych. Badano wpływ ciśnienia na rezystancję termistorów a w tranzystorach i diodach wpływ na napięcie złącza p-n spolaryzowanego przewodząco. Wskazania czujników półprzewodnikowych konfrontowano ze wskazaniem indukcyjnego czujnika odkształceń adaptowanego do pomiaru temperatury. W czujniku tym cewkę wykonano z drutu wysokooporowego, dzięki czemu zmiany częstotliwości generatora, w którym część indukcyjną obwodu rezonansowego stanowi czujnik, są niewielkie pod wpływem temperatury. Wykonując czujnik odkształcenia z drutu miedzianego kilkadziesiąt razy zwiększa się wpływ temperatury na częstotliwość, co umożliwia wykorzystanie go w charakterze czujnika temperatury. Wykorzystano również zjawisko wyrównywania się temperatury cieczy z otoczeniem, po jej sprężeniu. Wstępnie, z wystarczającą dokładnością zmierzono stałą czasową wymiany ciepła cieczy z otoczeniem, która wynosiła około 6 minut oraz wzrost temperatury cieczy w wyniku jej sprężania z szybkością 0.5 MPa/s na około 30°C . Z danych tych wynika, że po upływie 90 minut czyli 15τ , temperatura cieczy będzie większa o około 0.2°C od początkowej, więc wskazania czujników temperatury powinny też wrócić do takiej wartości, gdyby nie reagowały na ciśnienie.

Badania te wykazały, że błąd „trzymania zera”, czyli wskazania czujników półprzewodnikowych po zrównaniu temperatury komory z temperaturą otoczenia przy ciśnieniu 300 MPa dla różnych czujników wynosił od $+3$ do -3°C . Analiza krzywych przedstawiających proces stygnięcia komory uzyskanych przy użyciu termometru indukcyjnego i czujników półprzewodnikowych pozwoliła wnioskować z dużym przybliżeniem, że czułość tych czujników nie powinna różnić się od czułości w normalnych warunkach więcej niż $\pm 20\%$. Najlepszym czujnikiem okazała się dioda świecąca niebieskim światłem, której błąd trzymania zera był mniejszy od 1°C przy 400 MPa [4]. Ze względu na brak możliwości regulowania i stabilizacji temperatury cieczy w komorze oraz stosowania termopary niemożliwe było uzyskanie dokładniejszych danych.

Diodę niebieską stosowano do pomiaru cieczy w komorze przez prawie 10 lat. W tym okresie tylko raz trzeba było ją wymienić na nowy egzemplarz, ponieważ nastąpiła utrata kontaktu na styku kryształ-doprowadzenie. Okazało się więc, że czujnik taki jest dość odporny na występujące naprężenia podczas sprężania i rozprężania cieczy w komorze, gdyż każda z nich wytrzymała kilkaset takich cykli ciśnieniowych, w których szybkość dekompresji dochodziła nawet do setek MPa/s , chociaż zwykle zmiany ciśnienia nie były szybsze niż 1 MPa/s .

2. Cel badań

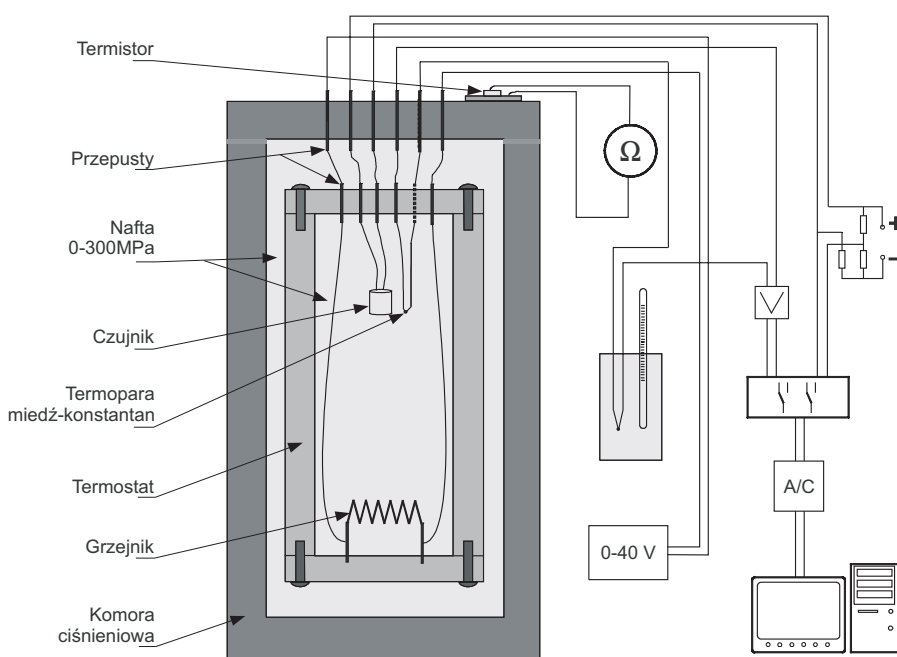
Rozszerzono i uściślono badanie wpływu ciśnienia na czujniki temperatury w postaci diody Blue-LED, przystosowując komorę ciśnieniową aparatu GTA10 do wykorzystania termopary oraz stabilizacji temperatury w zakresie do 80°C. Uzyskano w ten sposób dane o charakterystyce czujnika w zakresie temperatur 20-80°C, uznając za czujnik wzorcowy termoparę miedź-konstantan. Badaniami objęto również czujnik KTY-81 przeznaczony do pomiarów temperatury w ciśnieniu normalnym. Zdecydowano się na przyrządy dyskretne w których prosta struktura wewnętrzna zmniejsza ryzyko uszkodzenia przez ciśnienie.

Ponadto testowano metalowe, rezystancyjne czujniki temperatury i skorygowano dane dotyczące oddziaływania ciśnienia na tranzystory.

3. Termostat ciśnieniowy

Komora ciśnieniowa wykonana jest ze stali i ma masę kilkudziesięciu kilogramów, wobec czego wymiana ciepła między cieczą o masie kilkuset gramów w komorze a otoczeniem jest tak intensywna, że do podgrzania cieczy w jej wnętrzu do prawie 100°C trzeba by dostarczać dużej mocy, około 100 W, do czego istniejące przepusty elektryczne nie są przystosowane. Ponadto tak wysoka temperatura mogłaby mieć niekorzystny wpływ na wytrzymałość komory i przepustów. Wykonano więc cylindryczny, grubościenny (10 mm) termostat z tekstolitu o wymiarach zewnętrznych nieco mniejszych od komory ciśnieniowej. Termostat umieszczony wewnątrz komory ciśnieniowej zredukował utratę ciepła do ścian komory przez konwekcję i umożliwił osiągnięcie temperatury cieczy do 100°C, przy mocy grzejnika 20 W, podczas gdy temperatura ścian komory ciśnieniowej wzrastała tylko o kilkanaście stopni. W przykręcanej, dolnej podstawie tego cylindra umieszczono elektryczną spiralę grzejną a w górnej przepusty elektryczne do podłączania badanych czujników i termopary wewnątrz termostatu. Przepusty te połączono z przepustami ciśnieniowymi korka komory. Połączenie podstaw z rurą było na tyle szczelne, że wymiana cieczy w termostacie z cieczą w komorze była znikoma, na tyle aby możliwa była wymiana ciśnienia między nimi, przy minimalnej wymianie ciepła. Grzejnik zasilano z regulowanego stabilizatora napięcia stałego.

Do pomiaru temperatury cieczy wewnątrz komory termoparą należało wykonać elektryczne przepusty ciśnieniowe z takich samych metali jak termopara. W tym celu wykorzystano istniejący w korku komory otwór o średnicy 2 mm i długości 5 mm, który następnie kończył się, od strony niskiego ciśnienia, gniazdem z gwintem M10×1. Całość jest przystosowana do mocowania kapilary łączącej wewnątrz komory z otoczeniem lub do zaślepienia. W gnieździe tym umocowano grubościenną rurkę z wklejonym przewodem



Rys. 1. Schemat stanowiska do badania wpływu ciśnienia na czujniki temperatury

miedzianym i konstantanowym, każdy o średnicy 0.2 mm. Uszczelnienie następowało przez dociśnięcie stożkowo zakończonych rurki do również stożkowej gniazda w korku. Uzyskano w ten sposób przepust, który wytrzymał ciśnienie cieczy 400 MPa. Przedłużenie tych przewodów po stronie wysokiego ciśnienia i zlutowanie ich na końcu tworzyło termoparę miedź-konstantan. Spoinę odniesienia umieszczono po stronie niskiego ciśnienia w naczyniu z naftą o pojemności 1l o kontrolowanej temperaturze, następnie przewodami miedzianymi napięcie z termopary doprowadzono do wzmacniacza pomiarowego a dalej do 12 bitowego przetwornika A/C i komputerowego systemu rejestracji danych.

Badane półprzewodniki zasilano w układzie półmostka z precyzyjnych stabilizatorów napięcia. Sygnał z mostka podawano wprost do tego samego przetwornika A/C, poprzez elektroniczny przełącznik sygnałów analogowych i rejestrowano w pamięci komputera.

Dodatkowo kontrolowano temperaturę zewnętrznej ściany komory ciśnieniowej, mocując do niej termistor fabrycznie zainstalowany na mosiężnej płytce. Termistor z otaczającym fragmentem komory pokryto pianką poliuretanową. Dzięki temu zapewniono dobrą wymianę ciepła między komorą a termistorem i ograniczono chłodzenie termistora do otoczenia. Zmiany rezystancji termistora odpowiadające zmianom temperatury komory mierzono omomierzem i zapisywano ręcznie.

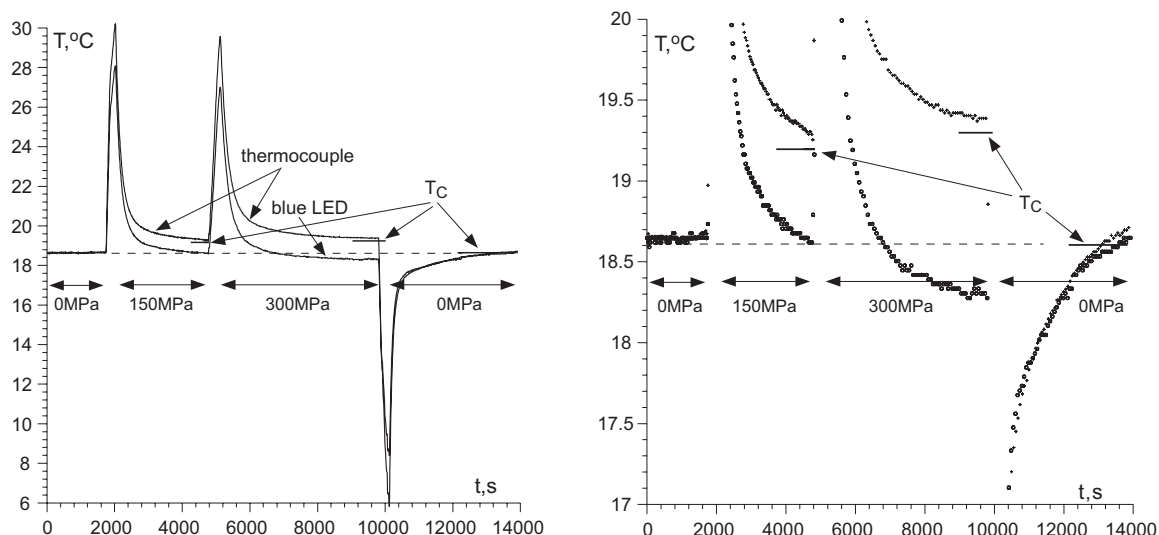
4. Sposób wykonywania pomiarów

Badanie wpływu ciśnienia na czujniki temperatury wykonywano w termostacie umieszczonym w komorze ciśnieniowej, całość wypełniono naftą. Podgrzewano naftę do około 80°C bez zwiększania ciśnienia, przez kilka minut utrzymywano tę temperaturę na możliwie niezmiennym poziomie regulując moc grzałki, następnie schładzano ciecz do temperatury o kilka stopni większej od otoczenia. Schładzanie trwało około jednej godziny. Natychmiast po schłodzeniu, bez jakichkolwiek zmian w układzie pomiarowym, podnoszono ciśnienie do 150 lub 300 MPa i również stabilizowano temperaturę na poziomie około 80°C, a następnie schładzano ciecz w obecności żądanego ciśnienia. Odwracano również kolejność tak, że najpierw zmieniano temperaturę cieczy pod ciśnieniem a potem w ciśnieniu normalnym (rys. 3). W trakcie eksperymentu rejestrowano zmiany napięcia na badanym czujniku i napięcie na termoparze (przeliczone na temperaturę), a monitor pokazywał te wartości w funkcji czasu na bieżąco. W ciśnieniu normalnym wyznaczono współczynniki proporcjonalności między napięciem czujników a temperaturą, zakładając liniowość ich charakterystyk. Ułatwiło to wstępną ocenę wyników eksperymentu. Do analizy wykorzystywano dane uzyskane w trakcie schładzania cieczy, ponieważ wtedy pomiarów nie zakłócały silne turbulencje. Aby zredukować błędy pochodzące od: wyznaczania charakterystyki napięcie-temperatura tak dla półprzewodników jak i termopary, różnicy bezwładności cieplnej, zmian temperatury ścian komory ciśnieniowej i wielu innych czynników, wyznaczenie wpływu ciśnienia na czujniki przeprowadzono metodą porównawczą. Określono mianowicie proporcję: „wskazania czujnika / wskazania termopary”, dla całego zakresu zmian temperatury podczas schładzania cieczy w ciśnieniu normalnym. Uzyskaną krzywą aproksymowano funkcją liniową, której współczynnik nachylenia nieznacznie różnił się od jedności, na skutek pewnych błędów wzorcowania. Taką samą zależność wyznaczono dla fazy schładzania pod ciśnieniem. Jeśliby ciśnienie nie wpływało na czujniki, to nachylenie oraz składowa stała obu charakterystyk byłoby takie same.

Innym kryterium wpływu ciśnienia było wyznaczenie różnicy wskazań między czujnikiem a termoparą dla maksymalnego nagrzania cieczy i kilkuminutowej stabilizacji jej temperatury, w ciśnieniu normalnym i wysokim. Okres stabilizacji temperatury musiał wynosić przynajmniej 5 minut, aby jej fluktuacje zminimalizować do mniej niż 1°C, w tym okresie ustalał się stan względnej równowagi gradientu temperatury w termostacie. Następnie badano czujniki w pobliżu temperatury otoczenia w ten sposób, że w ciśnieniu normalnym rejestrowano temperaturę cieczy w komorze, pokazywaną przez termoparę oraz testowany czujnik i różnicę ich wskazań, następnie sprężano ciecz do 300 MPa, a na koniec odpuszczano do 150 MPa i do 0 MPa. Ciecz w tym eksperymencie nie była podgrzewana a zmiany temperatury były tylko efektem zmian ciśnienia, przy czym czujniki nie były umieszczone w termostacie aby ułatwić wymianę ciepła z otoczeniem. Dla każdego poziomu ciśnienia wyrównywano temperaturę cieczy z temperaturą otoczenia przez swobodną wymianę ciepła w czasie około godziny, tak aby różnica pokazywana przez termoparę w stosunku do temperatury otoczenia nie była większa niż 0,5°C. Jeśliby ciśnienie nie wpływało na czujniki różnica wskazań obu czujników byłaby niezależna od ciśnienia, po ustaleniu się temperatury cieczy. W eksperymencie tym rejestrowano temperaturę otoczenia, zewnętrznej ściany komory oraz cieczy, w której zanurzona była druga spoina termopary, co służyło do ewentualnych poprawek podczas analizy danych

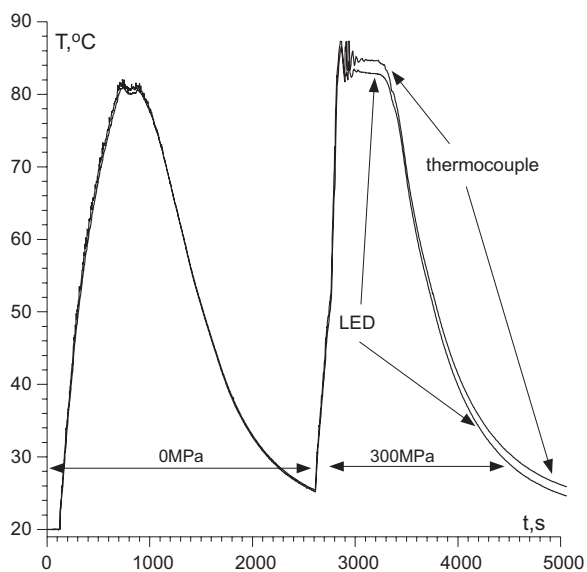
5. Rezultaty testowania diody Blue-LED

Na wstępie zbadano jak ciśnienie wpływa na wskazania, diody firmy Kingbright, w temperaturze otoczenia (metodą przedstawioną uprzednio). Efekty przedstawiono na rys. 2, na którym oprócz wskazań termopary i LED zaznaczono temperaturę ściany zewnętrznej komory T_c oraz temperaturę początkową rejestrowaną przez 2000 s celem określenia stabilności pomiarów. Linia przerywana na przedłużeniu temperatury początkowej ułatwia analizę rysunku. Rysunek z prawej jest powiększeniem lewego wokół temperatury początkowej. Łatwo zauważyć, że ze wzrostem ciśnienia wzrasta różnica między wskazaniami czujników by na koniec, znów w ciśnieniu normalnym, zmaleć praktycznie do zera.



Rys. 2. Proces wyrównywania temperatury cieczy w komorze z otoczeniem rejestrowany przez czujniki w komorze. Zaznaczono temperaturę ściany zewnętrznej komory T_c . Z prawej powiększenie początkowego zakresu temperatur

Następnie LED i termoparę umieszczono w termostacie i badano wpływ ciśnienia na ich czułość, przez porównanie różnic ich aproksymacji liniowych w ciśnieniu normalnym i 300 MPa. Rysunek 3 przedstawia przebieg zmian temperatury cieczy w komorze, a tab. 1 wartości liczbowe danych z eksperymentów dla



Rys. 3. Wskazania czujników temperatury w komorze w ciśnieniu normalnym i przy 300 MPa

czterech egzemplarzy diod. Średnia różnica współczynnika kierunkowego $-0,0022$ oznacza, że dioda ma znikomo większą czułość w ciśnieniu normalnym niż przy 300 MPa, jeśli przyjąć za wzorzec termoparę. Przy 100°C dioda zawyży pomiar o około $0,2^{\circ}\text{C}$. Tak mała różnica jest właściwie poniżej progu błędów jaki występował w trakcie eksperymentów i można uznać, że czułości obu przyrządów są jednakowe. Wyrażna jest natomiast różnica wartości stałej c , co wskazuje że dioda używana dotychczas do pomiaru temperatury w komorze zaniżała wskazania przy 300 MPa o około $0,8^{\circ}\text{C}$ w całym zakresie temperatur. Pomiar powtórzony dla ciśnienia 150 MPa pokazały, że dioda zaniżała wskazania o około $0,5^{\circ}\text{C}$. Można więc zgrubnie przyjąć (ze względu na ograniczoną dokładność pomiarów), że napięcie polaryzacji diody maleje liniowo z ciśnieniem dając wskazania temperatury mniejsze o $0,3^{\circ}\text{C}/100\text{ MPa}$ w rozpatrywanym zakresie ciśnień i temperatur.

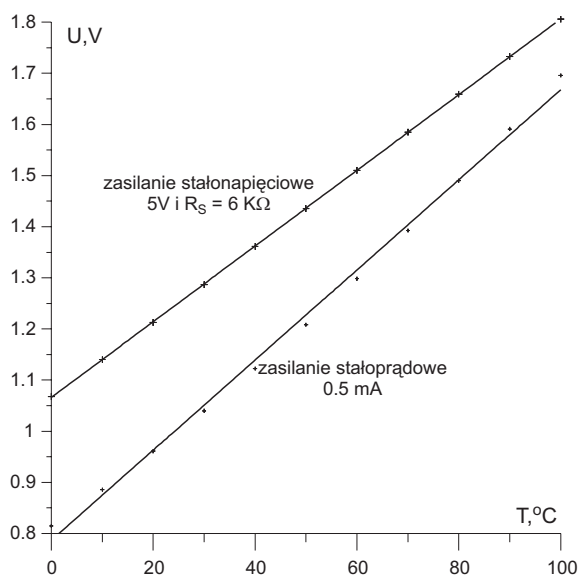
Tab. 1. Wpływ ciśnienia na charakterystyki diod Blue LED

Lp.	termopara/led dla $p = 0$	termopara/led dla $p = 300\text{MPa}$	$\Delta(k_0 - k_{300})$	$\Delta(c_0 - c_{300})$
1	$y = 1,0038k + 0,190$	$y = 1,0024k + 1,001$	+0,0014	-0,811
2	$y = 1,0047k + 0,226$	$y = 0,9999k + 1,246$	+0,0048	-1,02
3	$y = 0,9948k + 0,364$	$y = 1,0012k + 1,151$	-0,0064	-0,787
4	$y = 0,9970k + 0,454$	$y = 1,0058k + 1,175$	-0,0088	-0,721
		średnio	-0,0022	-0,835

Ponieważ badane diody w obudowie o średnicy 3 mm i wysokości 5 mm miały stosunkowo dużą bezwładność cieplną, przetestowano diodę niebieską do montażu powierzchniowego o wymiarach $0,8 \times 1,2 \times 2,0$ mm o symbolu handlowym LED0805-2012MBC, której bezwładność jest około dziesięciokrotnie mniejsza od poprzedniej. Niestety badanie wykazało, że ciśnienie znacznie bardziej wpływa na napięcie polaryzacji złącza niż w poprzednim typie diody, powodując zawyżanie pomiaru o około $1^\circ\text{C} / 100\text{MPa}$. Wynika z tego, że decydując się na stosowanie diody świecącej do pomiaru należy się liczyć z różnymi jej własnościami w zależności od producenta. Powodem jest prawdopodobnie nieco inny sposób domieszkowania, co potwierdza pomiar napięcia polaryzacji złącza, które jest w diodzie pierwszej (o mniejszym wpływie ciśnienia) 2,62V i znacząco większe w diodzie SMD (firmy Huey Jann), bo 2,93 V, przy prądzie 1 mA.

6. Badanie czujnika KTY-81

Innym dyskretnym elementem półprzewodnikowym, który testowano w analogiczny sposób, był krzemowy czujnik temperatury KTY-81. Jest on produkowany przez firmę Philips dla pomiarów temperatury przy normalnym ciśnieniu w zakresie od -50 do $+150^\circ\text{C}$. Jego działanie jest podobne do termistora PTC i polega na zmianie rezystancji z temperaturą, przy średnim współczynniku zmian rezystancji $+0,79\%/^\circ\text{C}$. Posiada w odróżnieniu do termistora tylko nieznacznie nieliniową zależność rezystancji od temperatury, co można zauważyć na rys. 4, przedstawiającym spadek napięcia na czujniku w przypadku zasilania go stałym prądem o wartości 0.5 mA. Jeśli jednak zasilić czujnik ze źródła o stałym napięciu przez rezystor szeregowy, co jest również prostsze, to charakterystyka doskonale się zlinearyzuje, jak widać na tym samym rysunku, dla charakterystyki uzyskanej dla źródła 5 V i rezystora szeregowego 6 k Ω . Rezystancja czujnika w temperaturze 25°C wynosi około $2000\ \Omega \pm 50\ \Omega$ w zależności od podtypu.



Rys. 4. Sygnał napięciowy z czujnika w zależności od sposobu zasilania

W tabeli 2 przedstawiono wyniki testowania takich czujników. Okazuje się, że czułość czujnika KTY minimalnie zależy od ciśnienia gdyż współczynnik kierunkowy funkcji liniowej aproksymującej jego charakterystykę w zakresie temperatur od 25 do 80°C jest większy. Czujnik wykalibrowany w temperaturze 20°C , przy 80°C i 300 MPa pokaże o $0,4^\circ\text{C}$ większą temperaturę niż w ciśnieniu normalnym, jeśli przyjmie termoparę miedź-konstantan jako wzorzec. Różnica ta choć niewielka i zbliżona do dokładności pomiaru jest systematyczna dla czterech pomiarów zamieszczonych w tabeli 2.

Analizując różnicę składowych stałych funkcji aproksymujących można wyciągnąć wniosek, że podobnie jak w przypadku diody LED czujnik KTY zaniża wskazania o około $0,9^\circ\text{C}/300\text{MPa}$. Widać to wyraźnie na rys. 5 przedstawiającym zmiany wskazań termopary i czujnika KTY podczas kompresji cieczy do 300 MPa a następnie dekompresji do 150 i 0 MPa. Ciecz w tym eksperymencie nie była podgrzewana a zmiany temperatury były tylko efektem zmian ciśnienia. Po 5000 s ciecz sprężona

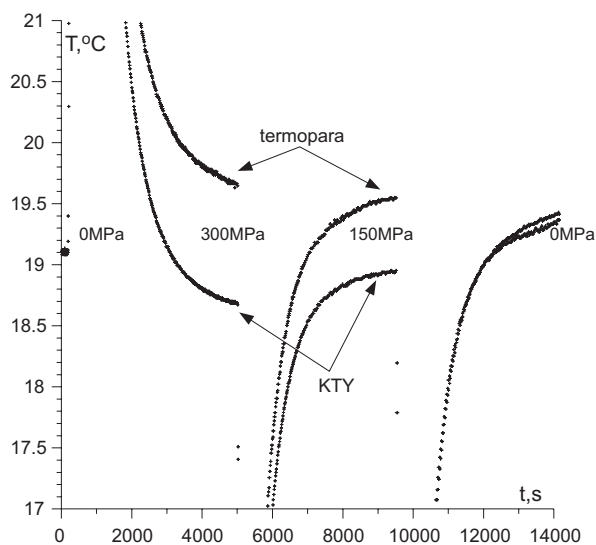
Tab. 2. Wpływ ciśnienia na charakterystykę czujnika KTY-81

Lp.	termopara/KTY, $p = 0$	termopara/KTY, $p = 300\text{MPa}$	$\Delta(k_0 - k_{300})$	$\Delta(c_0 - c_{300})$
1	$y = 0,9491k + 1,530$	$y = 0,9544k + 2,681$	-0,0053	-1,151
2	$y = 0,8337k + 1,265$	$y = 0,8400k + 1,288$	-0,0063	-1,023
3	$y = 0,9558k + 0,958$	$y = 0,9646k + 1,760$	-0,0088	-0,802
4	$y = 0,9839k + 0,649$	$y = 0,9940k + 1,256$	-0,0101	-0,607
		średnio	-0,0076	-0,896

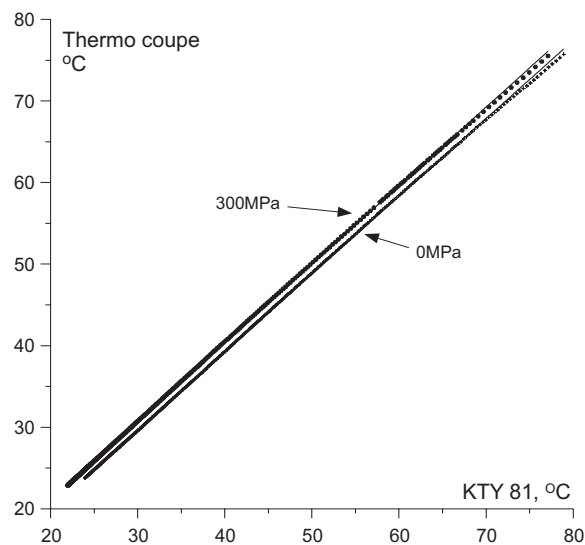
do 300 MPa schłodziła się tak, że termopara pokazała temperaturę cieczy wyższą tylko o $0,5^\circ\text{C}$ w stosunku do początkowej, podczas gdy czujnik KTY wskazywał temperaturę mniejszą od początkowej o $0,4^\circ\text{C}$, co jest niemożliwe wzięwszy pod uwagę, że komora była szczelna więc temperatura nie mogła spaść poniżej początkowej w termostatowanym pomieszczeniu. Po obniżeniu ciśnienia do 150 MPa różnica między termoparą a czujnikiem KTY obniżyła się do $0,5^\circ\text{C}$, czyli była dwukrotnie mniejsza niż dla 300 MPa. Po całkowitej dekompresji komory, po prawie czterech godzinach, temperatura wskazywana przez oba czujniki była o około $0,3^\circ\text{C}$ większa od początkowej, przy czym różnica między ich wskazaniami była poniżej dokładności pomiaru ($0,1^\circ\text{C}$).

Rysunek 6 przedstawia rezultat wyznaczenia proporcji między charakterystyką termopary a czujnika KTY dla ciśnienia normalnego i w 300 MPa. Dobrze widoczne jest rozsuniecie charakterystyk w pionie, co jest efektem działania ciśnienia na składową stałą i słabo zauważalna zmiana nachylenia o około 0.8%.

Omówiony czujnik produkowany jest również w wersji do montażu powierzchniowego pod symbolem KTY-82 w obudowie SOT23 i ma kilkakrotnie mniejszą bezwładność cieplną (1 s w cieczy nieruchomej) od czujnika KTY-81 w obudowie SOD70.



Rys. 5. Różnice wskazań termopary i czujnika KTY kolejno dla 0, 300, 150 i 0 MPa



Rys. 6. Wskazania termopary i czujnika KTY-81 w ciśnieniu 0 i 300 MPa

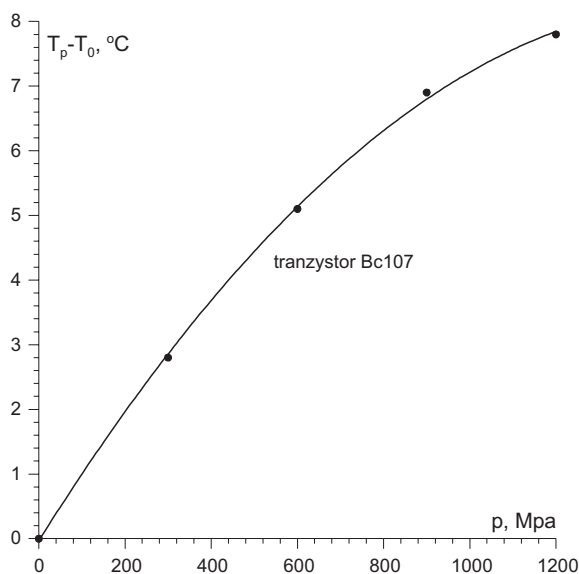
7. Tranzystory krzemowe

Dysponując wskazaniami termopary uściślono pomiar wpływu ciśnienia na napięcie polaryzacji złącza emiter-baza i kolektor-baza w tranzystorach krzemowych małej i średniej mocy. Cieczy w komorze nie podgrzewano, mierzono napięcie złącza w ciśnieniu normalnym i w 350 MPa, po schłodzeniu cieczy w ciągu jednej godziny. W tabeli 3 przedstawiono rezultaty, podając napięcie w mV oraz wynikający z oddziaływania ciśnienia błąd przeliczony na temperaturę, przyjmując zależność „napięcie-temperatura” złącza w warunkach normalnych równe $2\text{ mV}/^\circ\text{C}$.

Tab. 3. Wpływ ciśnienia na napięcie polaryzacji złącza p-n w tranzystorach

p , MPa	BF240-cb	BF240-eb	BD285-cb	BD285-eb	BC328-cb	BC328-eb
0	665,0	754,0	444,4	456,4	596,5	599,6
350	659,2	746,8	436,5	449,4	587,4	591,8
$T_{350} - T_0$, °C/100MPa	0,83	1,03	1,11	1,03	1,30	1,11

Wykonano również pomiar wpływu ciśnienia na napięcie złącza emiter-baza tranzystora BC107 (przy zwartym złączu kolektor-baza i rozhermetyzowanej metalowej obudowie) dla ciśnień 0÷1200 MPa w aparacie GCA-30. Konstrukcja przepustów elektrycznych uniemożliwiła podgrzewanie cieczy i zastosowanie termopary. Przebieg eksperymentu był taki, że zanotowano napięcie w ciśnieniu normalnym, następnie sprężono



Rys. 7. Wpływ ciśnienia na wskazania termometru tranzystorowego

naftę do 1200 MPa, po schłodzeniu cieczy w czasie 60 minut znów zarejestrowano napięcie i obniżano ciśnienie kolejno do 900, 600, 300 i 0 MPa, wyrównując temperaturę cieczy w komorze z otoczeniem przez 20 minut dla każdego ciśnienia, tak że cały eksperyment trwał 140 minut. W opracowaniu wyników uwzględniono bezwładność termiczną komory zmierzoną w ciśnieniu normalnym. Na rys. 7 pokazano efekty pomiarów, zmiany napięcia złącza przeliczono na błąd pomiaru temperatury będący różnicą wskazań temperatury otoczenia w ciśnieniu p oraz w ciśnieniu normalnym, zakładając czułość czujnika 2 mV/°C, linia ciągła jest aproksymacją przez funkcję kwadratową. Z powodu ograniczonych możliwości aparatu GCA-30 nie wykonano badania innych półprzewodników. Brak możliwości podgrzania cieczy, ze względu na cienkie przepusty elektryczne, uniemożliwił badanie wpływu ciśnienia w temperaturze większej od otoczenia.

8. Czujniki rezystancyjne metalowe

Dobrze znane i od dawna stosowane do pomiaru temperatury w ciśnieniu normalnym są czujniki z czystych metali, w których zmiany rezystancji z temperaturą są określone ogólnie wielomianem n -tego stopnia, lecz praktycznie funkcja $R(T)$ drugiego stopnia wystarczająco dokładnie opisuje charakterystykę czujnika, a funkcja liniowa daje błąd około jednego procenta. Najbardziej powszechne są czujniki platynowe (często napyłone na ceramiczne podłoże) używane do prawie 1000°C, oraz niklowe i miedziane, oba na zakres $-50 + 150$ °C. Czujniki niklowe pomimo dużej odporności na czynniki chemiczne cechuje duża nieliniowość powyżej 350°C z powodu przemiany wewnętrznej [5]. Czujnik miedziany łatwo i niedrogo można zrobić z cienkiego izolowanego drutu (nawojowego), co prawda miedź łatwo się utlenia, lecz nie jest to groźne w komorze wypełnionej niekorodującą cieczą. Na przykład dysponując miedzianym drutem nawojowym o średnicy 0,05 mm, wystarczy 12,5 m aby uzyskać rezystancję 100 Ω. Wykonano taki czujnik przez bifilarne nawinięcie drutu nawojowego, lecz o rezystancji 350 Ω aby ograniczyć pobór prądu ze stabilizowanego źródła napięcia 5 V, i zmniejszyć wpływ rezystancji połączeń, gdyż czujnik podłączono dwuprzewodowo ze względu na ograniczoną ilość przepustów elektrycznych w korku komory. Czujnik taki włączono w układ mostkowy podobnie jak czujniki półprzewodnikowe i takimi samymi metodami go testowano.

Rezystancja czujnika metalowego zmieniała się nie tylko z temperaturą, ale również z ciśnieniem. Powstały błąd pomiaru można zredukować, gdyż tablice własności fizycznych metali podają wpływ ciśnienia na rezystancję. Metale pod ciśnieniem na ogół zmniejszają rezystancję, przy czym wpływ ciśnienia

jest tylko nieznacznie nieliniowy w granicy do kilkuset MPa. Zależność rezystancji R od ciśnienia można w przybliżeniu wyrazić wzorem: $R_p = R_0(1 + \beta p)$, gdzie β to ciśnieniowy współczynnik zmian rezystancji. Na przykład w [6] można znaleźć, że dla miedzi $\beta = 2,01 \times 10^{-5}/\text{MPa}$ w okolicy 0 MPa, a w ciśnieniu 1200 MPa $\beta = 1,79 \times 10^{-5}$. Nikiel i platyna mają podobne współczynniki. Biorąc pod uwagę, że współczynnik termicznych zmian rezystancji dla miedzi $\alpha = 4 \times 10^{-3}$ i maksymalne ciśnienie do osiągnięcia w aparacie GTA-10 jest 400 MPa, spowoduje to zaniżenie pomiaru temperatury o $1,8^\circ\text{C}$ w ciśnieniu 400 MPa. Wobec innych źródeł błędów nieliniowość współczynnika β jest zaniedbywalna.

Przeprowadzone eksperymenty nie wykazały odchylenia zmian rezystancji od przewidzianego teoretycznie w wykonanym czujniku, przy skojarzonym oddziaływaniu temperatury i ciśnienia, z błędem mniejszym od $0,2^\circ\text{C}$. Ogólnie można stwierdzić, że wpływ ciśnienia jest podobny jak w przypadku diody Blue-LED oraz czujnika KTY81, a niedogodnością to, że czujnik metalowy jest wrażliwy na udary mechaniczne, gdyż drut powinien mieć średnicę poniżej 0,1 mm, a wszelkie osłony zwiększają i tak sporą bezwładność cieplną (stała czasowa około 10 s w cieczy), co jest jego następną wadą. Co prawda bezwładność tę można znacznie zmniejszyć lecz kosztem zwiększenia rozmiarów i zmniejszenia rezystancji. Jego zalety to bardzo duża odporność na ciśnienie i łatwość wykonania.

Podjęto próbę testowania czujników platynowych napyłonych na ceramikę, lecz ciśnienie spowodowało ich uszkodzenie. Najprawdopodobniej przyczyną były naprężenia między płytką ceramiczną a doprowadzeniami lub warstwą metalu.

9. Dokładność pomiarów zmian temperatury

Ponieważ zarejestrowane oddziaływanie ciśnienia na wskazania czujników temperatury były poniżej 1°C , duży wpływ na uzyskane wyniki miała dokładność wykonywanych pomiarów i krótka dyskusja na ten temat wydaje się niezbędna.

Dzięki przyjętej różnicowej metodzie pomiaru wpływu ciśnienia na własności czujników uniknięto błędów związanych z pomiarem bezwzględnych temperatur, czyli głównie ustaleniem zera a także czułością czujników w ciśnieniu normalnym. Pozostały błędy rozdzielczości, stabilności parametrów elektroniki współpracującej z czujnikami, głównie wzmacniaczy i przetwornika, oraz niestałość temperatury spiny odniesienia termopary i różnicy bezwładności termicznej czujników.

Rozdzielczość rejestracji temperatury wynosiła $0,01^\circ\text{C}$, natomiast stabilność wskazań całego toru pomiarowego była około $0,05^\circ\text{C}$, co sprawdzono termometrem rtęciowym o rozciągniętej skali dla zakresu temperatur pokojowych i termometrem kwarcowym w trakcie godzinowego pomiaru temperatury ropy w izolowanym termicznie litrowym naczyniu.

Bezwładność czujników półprzewodnikowych była niewielka (około 3 s w cieczy nieruchomej) w porównaniu do czasu schładzania komory, podczas którego wykonywano pomiary, wynoszącego około 2000 s, więc można uznać temperatury cieczy i czujnika za wyrównane po tym czasie. Pewne trudne do sprecyzowania błędy powstawały ze względu na dużą różnicę bezwładności czujników półprzewodnikowych w stosunku do termopary wykonanej z drutu o średnicy 0,2 mm, której stała czasowa wynosi ułamek sekundy. Pomimo że starano się utrzymać jednakowe tempo schładzania komory około $20\text{ s}/^\circ\text{C}$ przez odpowiednią regulację napięcia zasilającego grzałkę, to nieuniknione były kilkuprocentowe różnice tego tempa w poszczególnych cyklach pomiarowych. Stała czasowa czujników półprzewodnikowych była 3 s, w tym czasie temperatura zmieniała się około $0,15^\circ\text{C}$, więc różnice w tempie schładzania 20% dałyby błędy pomiaru względem termopary rzędu kilku setnych stopnia.

Temperaturę odniesienia spiny wolnej termopary, zanurzonej w litrowym naczyniu z naftą utrzymywano z dokładnością $\pm 0,1^\circ\text{C}$, a jej pomiar wykonywano z rozdzielczością $0,01^\circ\text{C}$ termometrem kwarcowym i po zakończeniu eksperymentu robione były odpowiednie poprawki.

Wpływ ciśnienia na termoparę miedź-konstantan można obliczyć z wyników eksperymentów Bridgman'a w teście „single wire” [7], umieszczonych np. w tablicach Landolt'a. Wynika z nich, że miedź przy ciśnieniu 400 MPa i 100°C zwiększy siłę termoelektryczną o $1,2\text{ }\mu\text{V}$ a konstantan o $11,8\text{ }\mu\text{V}$, więc w sumie dla 300 MPa i różnicy temperatur 60°C , jakie występowały w opisanych eksperymentach, systematyczny błąd pomiaru tą termoparą będzie $0,1^\circ\text{C}$, przyjmując czułość termopary $43\text{ }\mu\text{V}/^\circ\text{C}$.

Biorąc pod uwagę wszystkie wymienione źródła błędów szacuje się, że pomiar zmian różnicy temperatur był obciążony sumaryczną niepewnością nie większą niż $\pm 0,2^\circ\text{C}$ w rozpatrywanym zakresie zmian temperatury i ciśnienia.

10. Wnioski

Wobec trudności zastosowania termopary do pomiaru temperatury cieczy, pod ciśnieniem kilkuset MPa można wykorzystać proste półprzewodnikowe czujniki temperatury przewidziane do pracy w ciśnieniu normalnym, takie jak KTY-81, KTY-82 lub diody LED niebieskie w zakresie do 100°C, z maksymalnym błędem powodowanym przez ciśnienie około $\pm 1^\circ\text{C}$. Ponieważ błąd ten jest systematyczny, wykonując poprawkę na działanie ciśnienia można zmniejszyć go znacznie. Diody niebieskie mogą mieć nieco inne własności w zależności od producenta. Złącza popularnych diod prostowniczych i tranzystorów krzemowych zawyżają pomiar temperatury o około $1^\circ\text{C} / 100 \text{ MPa}$. Oddziaływanie ciśnienia przejawia się głównie w równoległym przesunięciu charakterystyki w całym przedziale mierzonych temperatur a tylko nieznaczna jest zmiana jej nachylenia. Z kilkuletnich doświadczeń wynika, że trwałość takich przyrządów półprzewodnikowych jest zadawalająca i jest rzędu kilkuset cykli sprężania i rozprężania.

Można także posłużyć się metalowymi rezystancyjnymi czujnikami wykonanymi z cienkiego drutu miedzianego a nie napyłonej warstwy metalu na ceramiczne podłoże, ze względu na niszczące naprężenia. Wpływ ciśnienia na rezystancję powoduje zaniżanie pomiaru o $0,4^\circ\text{C} / 100 \text{ MPa}$, więc należy wskazania odpowiednio korygować.

Zakres pomiaru temperatury można hipotetycznie zwiększyć do 300°C wykorzystując czujnik KTY-84.

Efekt ubocznym wykonanych prac jest opanowanie sposobu wykonywania elektrycznych przepustów ciśnieniowych.

W razie potrzeby zwiększenie dokładności pomiarów i zakresu oddziaływanych temperatur można osiągnąć wykonując małą komorę ciśnieniową o objętości użytecznej rzędu 1 cm^3 , wewnątrz której byłaby termopara i badany czujnik. Taką „komórkę” połączeniu kapilarą z aparatem GTA-10 umieszczono w termostatowanym naczyniu z cieczą o normalnym ciśnieniu.

Literatura:

- [1] Landolt-Bornstein: *Eigenschaften Der Materie in Ihren Aggregatzustanden*. 6 teil, Elektrische Eigenschalten I. Berlin 1959 Springer-Verlag, s. 979.
- [2] Getting I.C., Kennedy G.C.: *Effect of Pressure on the of Chromel-Alumel and Platinum-Platinum10% Rhodium Thermocouples*, Journal of applied physics, Vol. 41, No. 11, Oct. 1970.
- [3] Pitt G.D.: *Contemer*, Phys. 1977, Vol. 18, No 2, s. 137.
- [4] Nurkowski J.: *Wykorzystanie półprzewodnikowych przetworników do pomiaru temperatury w warunkach wysokiego ciśnienia*. (w:) *XXVII Międzynarodowa Konferencja Metrologów MKM '95*. Mat. konferencyjne T. 1, WSI w Zielonej Górze. (1995), s. 300-303.
- [5] Michalski L., Eckersdorf K.: *Pomiary temperatury*. WNT, W-wa 1986, s. 116-119.
- [6] Jeżewski M., Kalisz J.: *Tablice wielkości fizycznych*. PWN, W-wa 1957, s. 138.
- [7] Bridgman P.W.: *Proc. Amer. Acad. Arts Sci.* 53, 269, (1918).

Application of selected discrete semiconductor elements as the sensors of liquid temperature operating high pressure

Abstract

The paper presents a method that allows to measure the temperature of liquid under pressure about hundreds MPa by means of a conventional semiconductor temperature sensor. The paper contains a description of impact of pressure on voltage on p-n junction in blue light diode and silicon transistors. The KTY-81 sensor, copper and platinum resistance sensor were tested as well. As the references sensor a copper-constantan thermocouple was used. The tests showed, that the temperature might be measured with an error about $1^\circ\text{C} / 100 \text{ MPa}$ in the range 0-80°C and 0-300MPa. It was proved that many hundred compression-decompression cycles of the liquid do not destroy a connection between p-n junction and seal.

Keywords: temperature measurement, high pressure, temperature sensors, semiconductors

Recenzent: Prof. dr hab. *Jan Kielbasa*, Akademia Górniczo-Hutnicza