

Lämpösähköisen materiaalin lämmönjohtavuuden määrittäminen
matalissa lämpötiloissa käyttäen 3ω -menetelmää

Miika Leppänen

Pro gradu-tutkielma
Jyväskylän Yliopisto, Fysiikan laitos
22.6.2014
Ohjaajat: Jaani Nissilä
Ilari Maasilta

Tiivistelmä

Työssä tutkittiin mittausmenetelmää lämmönjohtavuuden määrittämiseen matalissa lämpötiloissa. Mittaukset perustuivat 3ω menetelmään, joka on alunperin ohutkalvoille kehitetty menetelmä lämmönjohtavuuden mittaukseen. Menetelmässä lämmitinlangan läpi kulkeva vaihtovirta synnyttää kolminkertaisella taajudella olevan jännitteen, jonka avulla saadaan tietoa kappaleen termisistä ominaisuuksista. Mittauksissa kultainen lämmitinlanka höyrystettiin Kapton kalvon päälle ja tämän päälle hyvin ohut alumiinioksidikerros. Mittaukset suoritettiin pulssituubijäähdyttimeen rakennetussa näytteenpitimessä. Laitteiston toiminta varmistettiin huoneenlämpötilassa borosilikaatti- ja Kapton näytteillä. Matalan lämpötilan mittaukset 12 K asti suoritettiin ISOTAN-näytteellä. Mittaustarkkuutta rajoitti voimakkaimmin resistanssin lämpötilakertoimen määrittäminen lämmitinlangalle. Tyypillinen mittausepävarmuus matalissa lämpötiloissa oli 5% – 27%. Tulevaisuudessa lämmitinlangan ominaisuuksiin täytyy kiinnittää huomiota toistettavuuden lisäämiseksi.

Sisältö

1 Johdanto	1
2 Teoreettiset lähtökohdat	3
2.1 Vakiotilan menetelmä	3
2.2 3ω -menetelmä	4
2.2.1 Jänniteoskillaatiot lämmitinlangassa	4
2.2.2 Lämmönsiirto langasta	6
2.2.3 Lämmönjohtavuus	8
2.3 Virtalähteen korvaaminen jännitelähtellä	11
3 Kokeelliset menetelmät	14
3.1 Ohutkalvon vaikutus	14
3.2 Mittauskokoontyö	15
3.2.1 Vaihelukittuva vahvistin	15
3.2.2 Lämmitinlanka	17
3.3 Mittaukset	18
4 Tulokset	22
4.1 Lämmönjohtavuus	22
4.2 Virhetarkastelu	33
4.2.1 Standardivirheet	33
5 Johtopäätökset	37

1 Johdanto

Viime vuosina tehokkuuden parantaminen energiantuotannossa ja uusiutuvan energian käyttö ovat nousseet suuriksi mielenkiinnon kohteiksi esimerkiksi ilmastonmuutoksen vuoksi. Uusien tuotantomenetelmien kehittämisen- ja vanhojen hyötysuhteen parantamisen hyväksi tehdään paljon työtä maailmanlaajuisesti. Esimerkiksi polttomoottorien ja teollisuusprosessien synnyttämää hukkalämpöä ei nykyisillään hyödynnetä juuri lainkaan. Lämpösähköisiä elementtejä on käytetty on käytetty näihin tarkoituksiin, mutta heikko hyötysuhde on rajoittanut niiden yleistymistä. Nykyisillään lämpösähköisten elementtien suurimmat sovelluskohteet ovat avaruus- ja sotatekniikan radioisotooppeihin perustuvat tehonlähteet. Idtechex:n Thermoelectric Energy Harvesting 2013-2023: raportin [1] mukaan lämpösähköisillä laitteilla on vuonna 2023 875 miljoonan dollarin markkinat maailmanlaajuisesti. Raportin mukaan tulevaisuuden sovelluskohteita ovat hukkalämmön louhinnan lisäksi esimerkiksi kehon lämmöstä energian ottavat erilaiset anturit ja älylaitteet.

Lämpösähköisessä ilmiössä lämpötilaero kappaleen yli synnyttää jännitteen, joka voi edelleen tuottaa tehoa. Ilmiö perustuu erillisiin Seebeckin ja Thomsonin ilmiöihin. Yksinkertaistettuna ilmiöt syntyvät siten, että kuumen puolen suuremman liikkuvuuden elektronit siirtyvät kylmälle aiheuttaen jännite-eron. Ilmiö toimii myös käänteisesti eli sähkötehoa voidaan käyttää jäähdyttämään kappaletta. Tätä ilmiötä kutsutaan Peltier'n ilmiöksi ja vastaavia Peltier elementtejä käytetään nykyään jäähdyttiminä sovelluksissa, joissa tarvitaan pienikokoinen ja yksinkertainen ratkaisu.

Lämpösähköisen materiaalin kykyä tuottaa sähkötehoa kuvaa hyvyysluku ZT

$$ZT = \frac{S^2 \sigma T}{\kappa}, \quad (1)$$

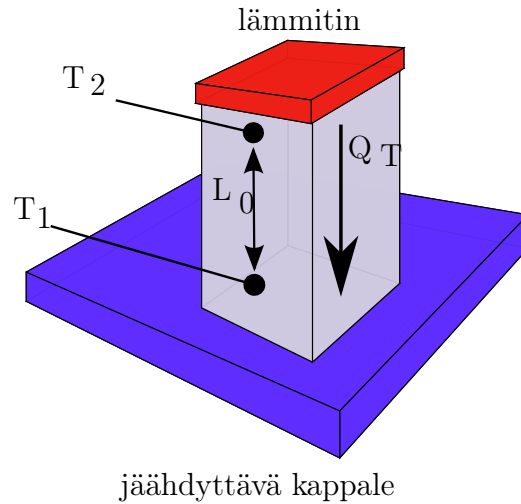
missä T on mittaustilalämpötila, σ sähkönjohtavuus, S Seebeckin kerroin ja κ lämmönjohtavuus [2]. Nykyiset käytössä olevat lämpösähköiset materiaalit on kehitetty alun perin 1960 luvulla ja niillä päästään $ZT \sim 1$ ($\text{Bi}_{0.5}\text{Sb}_{1.5}\text{Te}_3$). Yhtälöstä (1) nähdään, että suuri sähkönjohtavuus nostaa hyvyyslukua. Metalleilla on suuri määrä vapaita varauksenkuljettajia, jolloin niillä on suuri sähkönjohtavuus. Toisaalta taas suuri varauksenkuljettajien määrä tarkoittaa yleensä myös suurta lämmönjohtavuutta. Tästä syntyy ristiriita vaatimusten kesken, joka täytyy ottaa huomioon suunniteltaessa lämpösähköistä materiaalia. Glen Slackin tunnetuksi tekemä "phonon-glass electron-crystal" käsite tarjoaa ratkaisua tähän ristiriitaan. Eli lämmönjohtavuuden synnyttävät fononit näkevät materiaalin lasimaisena, mutta elektroneilla on suuri liikkuvuus kuten kiteisessä aineessa [3].

Uudet mikro- ja nanovalmistusmenetelmät ovat mahdollistaneet täysin uuden tyyppisten hybridimateriaalien valmistuksen, joiden rakenne voidaan suunnitella Slackin periaatteen mukaisesti. Nämä materiaalit perustuvat superhilarakenteisiin, jotka eivät ole enää makroskooppisia bulkkimateriaaleja, vaan tyyppillisesti ohutkalvorakenteita. Uuden sukupolven lämpösähköisillä materiaaleilla on mahdollista saavuttaa jopa $ZT > 2$ [2].

Luotettavien mittausten kehittämisen lämpösähköisen ilmiön mittaamiseen on tärkeää, jotta kansainvälisesti tehtävä tutkimustyö on keskenään vertailukelpoista. Yleisesti lämmönjohtavuuden mittaamiseen liittyy useita haasteita, joka nähdään esimerkiksi

siinä, että useiden materiaalien kirjallisuusarvot poikkeavat toisistaan riippuen mittaussel-
telmasta. Merkittävä lisähaaste syntyy, jos mitattava materiaali on ohutkalvo kuten uusissa
tutkittavissa lämpösähköisissä materiaaleissa. Tällöin perinteiset mittaustavat ovat haas-
tavia näytteen mittasuhteiden takia.

Tämä Gradu tehtiin MIKES:ssä osana EU-rahoitteista THERMIC-projektia, jonka
tarkoituksena on tutkia 3ω -menetelmän soveltuvuutta lämmönjohtavuuden mittaukseen.
Työn edetessä havaittiin menetelmään sisältyvän useita rajoituksia sekä huomioon otetta-
via asioita ja näitä tutkittiin edelleen.



Kuva 1: vakiotilan menetelmän periaate.

2 Teoreettiset lähtökohdat

Lämmön siirtymistä kappaleen läpi, jonka poikkipinta-ala on A ja paksuus l lämpötilaeron ΔT yli kuvaa yhtälö

$$\frac{dQ}{dt} = \kappa \frac{A\Delta T}{l}. \quad (2)$$

Termiä $\frac{dQ}{dt}$ kutsutaan lämpövuoksi ja se kuvaa siirtyvää lämpötehoa pinta-alayksikköä kohden, joten sen yksikkö on W/m^2 . Kerroin κ on materiaalille ominainen lämmönjohtavuuskerroin ja usein sitä kutsutaan lyhyesti lämmönjohtavuudeksi.

2.1 Vakiotilan menetelmä

Vakiotilan menetelmä on suoraviivaisin menetelmä mitata lämmönjohtavuutta ja se on yleisesti käytössä oleva standardimenetelmä. Menetelmää kutsutaan vakio- tai tasapainotilan menetelmäksi koska systeemin lämpötilajakauma on mittauksen ajan tasapainossa.

Menetelmässä oletetaan ääretön lämpökapasiteetti ja lämmönjohtavuus jäähdyttävälle kappaleelle, joka täytyy ottaa huomioon mittausta suunniteltaessa. Lämmitin lämmittää kappaletta vakioteholla, jolloin se aiheuttaa lämpövirran Q_T kuumasta kylmään päähän (kuva 1). Lämmönjohtavuus κ_T saadaan yhtälöstä

$$\kappa_T = \frac{Q_T L_0}{A\Delta T}, \quad (3)$$

missä L_0 on lämpömittarien välinen etäisyys, A näytteen poikkipinta-ala ja $\Delta T = T_2 - T_1$ on lämpötilaero mittarien välillä. [2] Mittauksen luotettavaan käytännön toteuttamiseen liittyy monia haasteita. Ensinnäkin lämpömittarit ja lämmitin ovat yhteydessä mittauskoonpanoon, jolloin niiden kautta kulkeva lämpövirta aiheuttaa virhettä mittaustulokseen. Toinen merkittävä virhettä aiheuttava tekijä on säteilemällä ja konvektiolla poistuva lämpö systeemistä. Konvektiossa lämpötilaerot aiheuttavat ilmavirtoja, jotka kuljettavat lämpöä. Tämä häviö voidaan eliminoida suorittamalla mittaukset hyvässä tyhjiössä.

Säteilemällä tapahtuva lämpöhäviö saadaan yhtälöstä

$$Q_{rad} = \epsilon \sigma_{SB} A (T_0^4 - T_S^4), \quad (4)$$

missä A on kappaleen pinta-ala, ϵ emissiivisyys, σ_{SB} Stephan-Boltzmannin vakio ja T_0 ja T_S ympäristön ja näytteen lämpötilat. Yhtälöstä nähdään, että säteilemällä tapahtuva lämpöhäviö on mahdotonta poistaa kokonaan, koska kappale on mittauksen aikana useassa eri lämpötilassa. Lisäksi pituuden L_0 ja pinta-alan A määrittäminen muodostaa epävarmuutta. Paras tällä menetelmällä saavutettava epävarmuus on 5 – 10% välillä [2].

2.2 3ω -menetelmä

3ω -menetelmä on yksi niin sanotuista muuttuvan tilan menetelmistä lämmönjohtavuuden mittaukseen, joissa mitattava systeemi ei ole tasapainossa mittauksen aikana. Yleisesti näissä mitattavaan kappaleeseen aiheutetaan lämmityspulssi, mitataan lämpötilan muutosta ajan suhteen ja päätellään tämän perusteella jotain materiaalin ominaisuuksista.

3ω -menetelmän esitteli ensimmäisenä David G. Cahill artikkelissaan [4] vuonna 1990 ohutkalvojen lämmönjohtavuuden määrittämiseen. Menetelmässä näytteen päällä olevan ohuen langan läpi kulkee vaihtovirtaa, jonka aiheuttama lämmitysteho kappaleessa synnyttää lankaan kolminkertaisella taajuudella värähtelevän 3ω jännitteen, josta voidaan edelleen määrittää kappaleen lämmönjohtavuus. Menetelmässä siis samaa lankaa käytetään sekä lämmittämiseen että lämpötilavasteen mittaamiseen.

Teorian johdanto on jaettu kolmeen osaan, joista ensimmäisessä tarkastelen lämmitinlankaan syntyviä jänniteoskillaatioita. Toisessa osassa tarkastelen lämmön siirtymistä langasta alla olevaan materiaaliin ja kolmannessa yhdistetään kahden ensimmäisen tulokset.

2.2.1 Jänniteoskillaatiot lämmitinlangassa

Menetelmässä lämmitinlangan läpi kulkee virta $I(t)$ ja sen yli mitataan jännite $V(t)$.

Lämmitinlangan resistanssin lämpötilariippuvuus pienille muutoksille on

$$R(t) = R_0(1 + \alpha \Delta T(t)), \quad (5)$$

missä α on materiaalista riippuva resistanssin lämpötilakerroin. Kerroin sisältää $\alpha = \frac{1}{R_0} \frac{dR}{dT}$, missä R_0 on resistanssi tarkasteltavassa lämpötilassa.

Tällöin lämmitinlangan yli muodostuu jännite

$$V(t) = I(t)R(t) = I_0R_0(1 + \alpha\Delta T(t)), \quad (6)$$

kun oletetaan virtabias eli $I(t) = I_0$.

Tarkastellaan tilannetta, kun käytetään sinimuotoista vaihtovirtaa $I(t) = I_0 \cos(\omega t)$ kulmataajuudella ω . Virta aiheuttaa lankaan lämmitystehon $P(t) = R(t)I(t)^2 = \frac{1}{2}I_0^2R_0(1 + \cos(2\omega t))$, eli lämmitys tapahtuu kulmataajuudella 2ω . Ylläolevassa tehon kaavassa on oletettu $\alpha\Delta T \ll 1$, joka pätee pienillä lämmitystehoilla ja resistanssin lämpötilakertoimilla.

Tehosta $P(t)$ voidaan erottaa vakio-termi ja taajuudella 2ω oskilloiva osa

$$P_{DC} = \frac{1}{2}I_0^2R \quad (7)$$

$$P_{AC}(t) = \frac{1}{2}I_0^2R \cos(2\omega t). \quad (8)$$

Usein vaihtovirtateho on laskujen kannalta käytännöllisempää muuttaa vastaamaan tietyn suuruista tasavirtatehoa. Tämä keskimääräinen eli RMS-teho määritellään $P_{rms} = I_{rms}^2R$, missä sinimuotoiselle virralle $I_{rms} = I_0/\sqrt{2}$ eli

$$P_{rms} = \frac{1}{2}I_0^2R. \quad (9)$$

Kappaleeseen syntyy vakiosuuruinen ja taajuudesta riippuva lämmitysteho. DC osa on vakiosuuruinen lämpötilan muutos ja AC osa värähtelee taajuudella 2ω

$$\Delta T = \Delta T_{DC} + |\Delta T_{AC}| \cos(2\omega t). \quad (10)$$

Langan resistanssi muuttuu lämmityksen johdosta yhtälön

$$R(t) = R_0[1 + \alpha\Delta T_{DC} + \alpha|\Delta T_{AC}| \cos(2\omega t)] \quad (11)$$

mukaisesti. Langan läpi kulkeva virta $I(t) = I_0 \cos(\omega t)$ synnyttää Ohmin lain mukaan jännitteen

$$V(t) = R(t)I(t) = \quad (12)$$

$$I_0R_0 [\cos(\omega t) + \alpha\Delta T_{DC} \cos(\omega t) + \alpha|\Delta T_{AC}| \cos(2\omega t) \cos(\omega t)] = \\ I_0R_0 \left[\cos(\omega t) + \alpha\Delta T_{DC} \cos(\omega t) + \frac{1}{2}\alpha|\Delta T_{AC}| \cos(\omega t) + \frac{1}{2}\alpha|\Delta T_{AC}| \cos(3\omega t) \right] \quad (13)$$

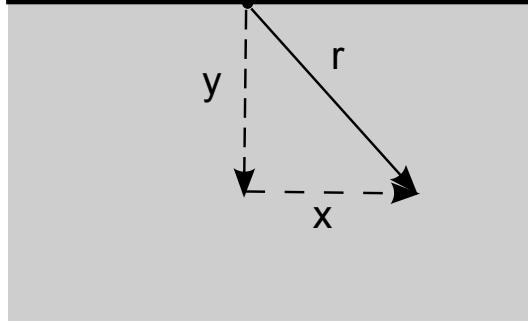
Yllä olevassa yhtälöstä nähdään, että taajuudella ω oskilloiva virta ja taajuudella 2ω oskilloiva resistanssi synnyttävät taajuudella 3ω oskilloivan komponentin jännitteeseen. Tämän komponentin amplitudi on

$$V_{3\omega} = \frac{1}{2}V_0\alpha\Delta T_{AC}, \quad (14)$$

missä $V_0 = I_0R_0$.

2.2.2 Lämmönsiirto langasta

Cahillin artikkelissa [4] on kuvattu äärettömän ohuen lämmitinlangan synnyttämät lämpötilaoskillaatiot puoliäärettömässä kappaleessa.



Kuva 2: Lämmönsiirtyminen kappaleeseen.

Kun lämmitinlangan läpi kulkee vaihtovirtaa taajuudella ω , synnyttää se lämmitinlangan lämpötilan vaihteluja, joiden amplitudi etäisyydellä $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ (kuva 2) on

$$\Delta T_{AC}(r) = \frac{P_0}{l\pi\kappa} K_0(qr). \quad (15)$$

Ylläolevassa κ on lämmönjohtavuus ja P_0/l on tehon amplitudi yksikköpituutta kohden. Funktio K_0 on nollannen kertaluvun modifioitu Besselin funktio. Funktion parametrin q käänteisarvo on muotoa

$$\frac{1}{q} = \sqrt{\frac{D}{i2\omega}} = \sqrt{\frac{\kappa}{i\rho c_p 2\omega}}, \quad (16)$$

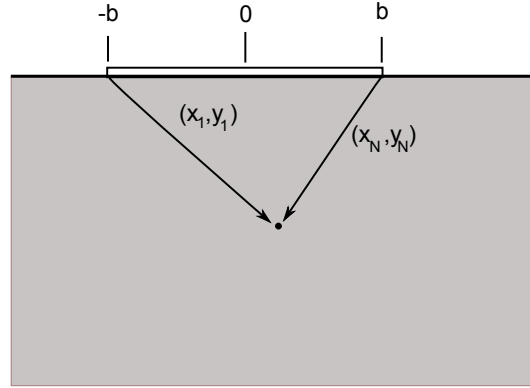
missä jälkimmäisessä kohdassa on käytetty tietoa

$$D = \frac{k}{\rho c_p}. \quad (17)$$

Tässä D on terminen diffuusiokerroin, κ lämmönjohtavuus, c_p ominaislämpökapasiteetti ja ρ tiheys. Usein määritellään lämmön tunkeutumissyvyys $\lambda = \frac{1}{|q|}$, joka kuvaa lämpöaallon etenemispituutta materiaalissa. Tästä nähdään että suurempi lämmönjohtavuus ja pienempi kulmataajuus tarkoittavat suurempaa tunkeutumissyvyyttä.

Kokeellisissa mittauksissa lämmitinviiva ei ole koskaan äärettömän kapea. Matemaattisesti lämmitinviivaa leveydeltään $2b$ voidaan kuvata neliöfunktioilla, jonka arvo on 1 välillä $[-b, b]$ ja nolla muualla eli

$$\text{rect}(x) = \begin{cases} 0 & |x| > b \\ 1/2 & |x| = b \\ 1 & |x| < b \end{cases} \quad (18)$$



Kuva 3: Äärellisen levyinen lämmitinviiva.

Kuvassa (3) on esitetty äärellisen levyinen lämmitinviiva ja lämmön siirtyminen alla olevaan materiaaliin. Viiva mallinnetaan muodostamalla lämpötilafunktiot x -suunnassa systeemille, joka sisältää vierekkäin monta kapeaa viivaa. Matemaattisesti se toteutetaan konvoluutiolla $\Delta T_{0-b}(x) = \text{rect}(x) * \Delta T_{AC}(x)$. Konvoluutioteoreeman mukaan $F[f(x) * g(x)] = F(\eta)G(\eta)$, missä F ja G ovat Fourier-muunnoksia. Tehdään siis funktioille $\text{rect}(x)$ ja $\Delta T_{AC}(x)$ Fourier-muunnokset, kerrotaan Fourier-avaruudessa ja palataan käänteismuunnoksella takaisin reaaliavaruuteen.

Fourier-muunnos ja sen käänteismuunnos ovat

$$\Psi(\eta) = \frac{1}{2} \int_{-\infty}^{\infty} \psi(x) \exp(-i\eta x) dx \quad (19)$$

$$\psi(\eta) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \Psi(x) \exp(-i\eta x) dx. \quad (20)$$

Parilliselle funktiolle muunnos palautuu kosinimuunnokseksi

$$\Psi(\eta) = \int_0^{\infty} \psi(x) \cos(\eta x) dx \quad (21)$$

$$\psi(\eta) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \Psi(x) \cos(\eta x) dx. \quad (22)$$

Kirjallisuudesta [5] löytyy Fourier-muunnos muokatulle Besselin funktiolle, jolloin yhtälö (15) muuttuu muotoon

$$\Delta T_{AC}(\eta) = \frac{p_{rms}}{2l\kappa} \left(\frac{1}{\sqrt{\eta^2 + q^2}} \right). \quad (23)$$

Kerrotaan ylläoleva neliöaallon (18) Fourier-muunnoksella, jolloin saadaan lämpötilan muutokset langan alueella

$$\Delta T_{lanka}(\eta) = \frac{p_{rms}}{2l\kappa} \left(\frac{1}{\sqrt{\eta^2 + q^2}} \right) \int_0^\infty \text{rect}(x) \cos(\eta x) dx = \frac{p_{rms}}{2l\kappa} \frac{\sin(\eta b)}{\eta b \sqrt{\eta^2 + q^2}}. \quad (24)$$

Käytetään käännteismuunnosta (22), jotta päästään takaisin reaaliavaruuteen

$$\Delta T_{lanka}(x) = \frac{1}{\pi} \int_0^\infty \Delta T(\eta) \cos(\eta x) d\eta = \frac{p_{rms}}{\pi\kappa l} \int_0^\infty \frac{\cos(\eta b) \sin(\eta b)}{\eta b \sqrt{\eta^2 + q^2}} d\eta. \quad (25)$$

Käytännössä mittauksissa mitataan keskimääräistä lämpötilaa leveysuunnassa lämmitinviivan yli. Tämä saadaan, kun integroidaan lämpötilaa välillä $-b$ ja b ja jaetaan se lämmitinviivan leveydellä $2b$

$$\Delta T_{lanka} = \frac{1}{2b} \int_{-b}^b \Delta T_{AC}(x) dx = \frac{p_{rms}}{\pi\kappa l} \int_0^\infty \frac{\sin^2(\eta b)}{(\eta b)^2 \sqrt{\eta^2 + q^2}} d\eta. \quad (26)$$

Yhtälölle (26) ei ole olemassa analyttistä ratkaisua, mutta sitä voidaan approksimoida eri alueissa. Kun lämmön tunkeutumissyvyys on suuri verrattuna viivan puolileveyteen b , eli $1/q \gg b$, voidaan tehdä approksimaatio

$$\lim_{b \rightarrow 0} \frac{\sin(b\eta)}{b\eta} = 1. \quad (27)$$

Lisäksi voidaan olettaa että suuren aaltoluvun termeillä on mitätön vaikutus kokonaistulokseen eli integraalissa hallitsevat arvot $\eta < 1/b$, jolloin integraalin ylärajaksi voidaan asettaa $1/b$. Nämä yhdistettynä saadaan

$$\Delta T_{lanka} \approx \frac{p_{rms}}{\pi\kappa l} \int_0^{1/b} \frac{1}{\sqrt{\eta^2 + q^2}} d\eta = \frac{p_{rms}}{\pi\kappa l} (\ln(qb) - \zeta). \quad (28)$$

Tässä ζ on vakio arvoltaan noin 0.922.

Ylläoleva voidaan kirjoittaa muotoon, jossa reaalin ja imaginäärinen osa on erotettu toisistaan, kun tiedetään että $q = (1 + i)\sqrt{\omega/D}$

$$\Delta T_{lanka} = -\frac{p_{rms}}{2\pi\kappa l} (\ln(2\omega) - \ln(b^2/D) - 2\zeta) - i\frac{p_{rms}}{4\kappa}. \quad (29)$$

Tästä nähdään että kappaleeseen syntyvillä lämpötila oskillaatioilla on vakiona pysyvä imaginääriosaa ja taajuuden mukaan muuttuva reaaliosa.

2.2.3 Lämmönjohtavuus

Yhdistämällä yhtälöön (29) lämmitysteho $p_{rms} = \frac{1}{2} I_0^2 R = \frac{V_0^2}{R}$ ja korvataan $\Delta T_{lanka} = \Delta T_{AC}$ yhtälöstä (14) saadaan

$$V_{3\omega} = -\frac{V_0^3 \alpha}{4\pi\kappa l R} (\ln(2\omega) - \ln(b^2/\alpha) - 2\zeta) - i\frac{V_0^3 \alpha}{8\kappa l R}. \quad (30)$$

Yhtälöllä (30) on kulmataajuudesta ω riippumaton imaginääriosa ja lineaarisesti $\ln(2\omega)$:sta riippuva reaaliosa. Tämän riippuvuuden avulla voidaan määrittää lämmönjohtavuus

$$\kappa = \frac{V_0^3 \alpha}{4\pi l R k}, \quad (31)$$

missä k on $V_{3\omega}$ vs $\ln(2\omega)$ suoran kulmakerroin. Muutetaan yhtälö käytännöllisempään muotoon, jossa merkitään $\alpha = \frac{\beta}{R}$ missä $\beta = dR/dT$ eli,

$$\kappa = \frac{V_0^3 \beta}{4\pi l R^2 k}. \quad (32)$$

Yllä olevassa johtamisessa on tehty muutamia approksimaatioita, jotka aiheuttavat rajoituksia mittauksille. Lähteen [6] mukaan approksimaatio (27) eli se, että viivan puoli-levyys on pieni verrattuna tunkeutumissyvyyteen, aiheuttaa alle 1% virheen kun $\lambda > 5b$. Vastaavan suuruinen virhe puoliäärettömän kappaleen suhteen tehdään, kun $\lambda > t_s/5$, missä t_s on näytteen paksuus. Samanlainen arvio taajuusalueesta on esitetty lähteessä [7] eli

$$5b \lesssim \lambda \lesssim t_s/5. \quad (33)$$

Tämä on taajuudeksi muutettuna

$$\frac{25\kappa}{4\pi\rho c t_s^2} \lesssim f \lesssim \frac{\kappa}{100\rho c \pi b^2} \quad (34)$$

Tehdään yhtälöön (34) esimerkkisijoitukset, kun käytetään ISOTAN(Cu55Ni44Mn1) näytettä. ISOTAN:a käytetään yhtenä lämpösähköisen ilmiön mittaamisen referenssimateriaalina. Huoneenlämpötilassa näytteen tiheys on 8900 kg/m^3 , ominaislämpökapasiteetti 410 J/K kg ja lämmönjohtavuus 21.4 W/K m . Kun näytteen paksuus on 1 mm ja lämmitinlanka on $50 \mu\text{m}$ leveä eli $b=25 \mu\text{m}$, käyttökelpoiseksi taajuusalueeksi saadaan

$$11.7 \text{ Hz} \lesssim \lambda \lesssim 29.9 \text{ Hz}. \quad (35)$$

Artikkelissa [8] on tarkasteltu laskennallisesti langan leveyden aiheuttamia rajoituksia taajuusalueeseen. Äärellisen leveyksiselle langalle he saivat käyttökelpoiseksi alueeksi

$$3.5 \cdot 10^{-2} \lesssim \chi \lesssim 0.2, \quad (36)$$

missä

$$\chi = \sqrt{\frac{2\omega b^2}{\alpha}} = \sqrt{\frac{2\omega b^2 \rho c_p}{\kappa}} \quad (37)$$

$$\Rightarrow f = \frac{\chi^2 \kappa}{4\pi b^2 \rho c_p}. \quad (38)$$

Tekemällä ylläolevaan vastaavat sijoitukset kuin yhtälöön (34) taajuusalueeksi saadaan $0.9 \text{ Hz} \lesssim f \lesssim 29 \text{ Hz}$.

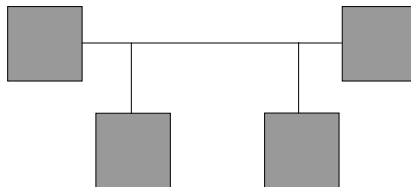
Samassa artikkelissa on tarkasteltu lisäksi langan äärellisen paksuuden vaikutusta. Äärellisen paksuinen lanka aiheuttaa taajuusalueeseen samansuuntaisia rajoituksia, kuin äärellinen leveys. Artikkelin mukaan käytetyllä paksuudella 100 nm tämä ei ole merkittävää.

Teorian johdossa on oletettu äärettömän pitkä lämmitinlanka, mutta käytännössä se ei ole sitä ja tämä aiheuttaa rajoituksia menetelmän käyttöön. Kuvassa 4 on esitetty kaksi- ja nelipistemittauksessa käytetyt lämmitinlangat. Artikkelissa [9] on tutkittu laskennallisesti simulaatioiden avulla äärellisen pituisen lämmitinlangan vaikutusta käyttökelpoiseen taajuusalueeseen. Lämpötilaoskillaatioiden suuruuden huomattiin laskevan pienillä taajuuksilla mentäessä kohti langan päitä. Tämä johtuu lämmönjohtavuuden muuttumisesta kolmiulotteiseksi verrattuna langan keskiosiin.

a)



b)



Kuva 4: Kaksi- ja nelipistemenetelmät.

Poikkeama mallista on suurempaa pienillä taajuuksilla, koska terminen tunkeutumisvyvyys λ on silloin suurempi. Simulaatioissa käytetyt materiaalit olivat pii ja lasi, jolloin suhteen l/λ oli oltava kahden mittauspisteen menetelmässä 18 lasille ja 15 piille, jotta tehdään alle 1% virhe. Tässä l on lämmitinlangan pituus millimetreinä. Ottamalla käyttöön lasille saatu suhde 18, ISOTAN:lle käytetyllä langanpituudella 3,5 mm pienin taajuus, kun käytetään kaksipistemittausta olisi oltava yli 15 Hz. Artikkelissa tarkasteltiin myös nelipistemittausta, missä mittauspisteiden väli oli 2 mm ja langan koko pituus 4 mm. Tässä lasilla ei havaittu poikkeamaa yhtälön mukaisesta käytöksestä ja piillä 1% poikkeama esiintyi kun $l/\lambda < 4.7$. Jos tämä sovellettaisiin suoraan ISOTAN:lle, pienin käytettävä taajuus olisi 1 Hz. Käyttämässämme mittausasetelmassa keskilangan pituus on 3,5 mm ja päiden 1 mm, joten suhde ei ole 1:1, vaan 1:1,75. Voidaankin olettaa että pienin käyttökelpoinen taajuus on 1 ja 15 Hertsin välillä. Kuitenkin lähempänä 1 hertsiä, koska taajuudella 5 Hz saavutetaan puoliväli l/λ suhteessa ja lisäksi suurin poikkeama 2-pistemittauksessa syntyy välittömästi langan päiden lähellä.

Menetelmää tarkastelevassa kirjallisuudessa ei juurikaan ole asetettu rajoituksia käytettävälle lämmitysteholle. Käytännössä suurempi teho mahdollistaa suuremman signaalin koska $P \sim \Delta T \sim V_{3\omega}$. Suurempi lämpötilan muutoksen amplitudi aiheuttaa kuitenkin

sen, että esimerkiksi säteilemällä tapahtuva lämpöhäviö alkaa vaikuttaa mittaustarkkuuteen. Suurilla lämmitystehoilla myös yhtälön (6) oletus ja myöhemmin tehtävät oletukset $\alpha\Delta T \ll 1$ eivät enää päde. Kirjallisuudessa tavataan usein käytännön mittauksissa käytetyn $\Delta T \sim 1$ K.

2.3 Virtalähteen korvaaminen jännitelähtellä

Edellä johdettu teoria sisältää oletuksen ideaalisesta virtalähteestä. Käytännön mittauksissa on kuitenkin lähes aina käytännöllisempää käyttää jännitelähdettä. Kuvan 5 kohdassa a) on esitetty yksinkertaisin mahdollinen mittaussiipi, jossa virtalähde on korvattu jännitelähteellä. Vastus R_A on lämmitinlangan yli oleva vastus jännitteen mittauspisteiden välissä ja R_C muualla langassa. Vastus R_B sisältää virtapiirissä esiintyvät sarjassa olevat vakiovastukset kuten jännitelähteen lähderesistanssin, jotka oletetaan riippumattomiksi lämpötilasta. Lämmitinlangan yli oleva jännite V_A saadaan yksinkertaisesti jännitteenjaolla ja, kun tähän yhdistetään lämmitinlangan resistanssien lämpötilariippuvuudet $R_A(t) = R_{A0}(1 + \alpha\Delta T(t))$ ja $R_C(t) = R_{C0}(1 + \alpha\Delta T(t))$ saadaan

$$\begin{aligned} V_A(t) &= U \frac{R_A(t)}{R_B + R_A(t) + R_C(t)} = U \frac{R_{A0}(1 + \alpha\Delta T(t))}{R_B + (R_{A0} + R_{C0})(1 + \alpha\Delta T(t))} \\ &= U \frac{R_{A0}(1 + \alpha\Delta T(t))}{(R_B + R_{A0} + R_{C0})(1 + \frac{R_{A0} + R_{C0}}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}\alpha\Delta T(t))}. \end{aligned} \quad (39)$$

Yhtälössä (39) esiintyvälle termille $(1 + \frac{R_{A0} + R_{C0}}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}\alpha\Delta T(t))^{-1}$ tehdään Taylorin sarjakehitelmä $\frac{1}{1+x} = 1 - x + x^2 \dots$. Koska lämpötila oskillaatioiden suuruusluokka $|\Delta T| \approx 1$ K ja resistanssin lämpötilakerroin $\alpha \approx 0.001$ 1/K sekä resistansseista muodostuva kerroin < 1 , voidaan olettaa x :n olevan niin pieni, että otetaan mukaan vain kaksi ensimmäistä termiä. Täten

$$\begin{aligned} V_A(t) &\approx U \frac{R_{A0}(1 + \alpha\Delta T(t))}{R_B + R_{A0} + R_{C0}} \left(1 - \frac{R_{A0} + R_{C0}}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}\alpha\Delta T(t)\right) \\ &\approx U \frac{R_{A0}}{R_B + R_{A0} + R_{C0}} \left(1 + \frac{R_B}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}\alpha\Delta T(t)\right). \end{aligned} \quad (40)$$

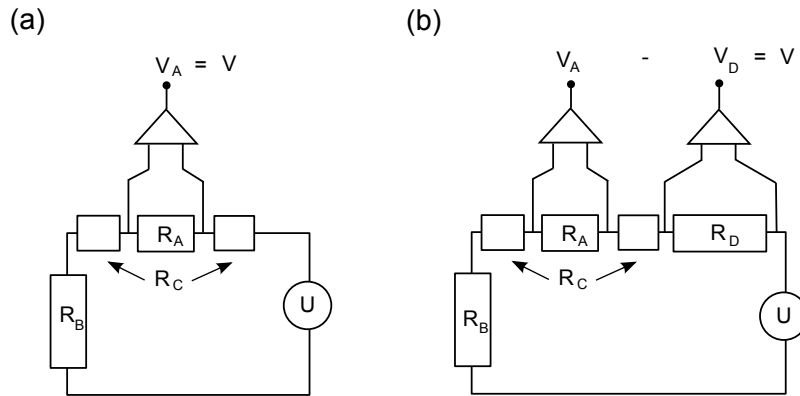
Ylläolevassa johdossa on tehty approksimaatio että termi $(\alpha\Delta T(t))^2 = 0$. Piirissä kulkeva virta on

$$I = \frac{U}{R_B + R_A + R_C} \approx \frac{U}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}, \quad (41)$$

missä on tehty aproksimaatio, että resistansseissa tapahtuvien muutosten vaikutus piirissä kulkevaan virtaan on mitätön, eli $R_B \gg R_A, R_C$. Jännite on siten

$$V_A(t) \approx IR_{A0} \left(1 + \frac{R_B}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}\alpha\Delta T(t)\right) \quad (42)$$

Tämä vastaa yhtälöä (6) lukuun ottamatta kerrointa $\frac{R_B}{R_B + R_{A0} + R_{C0}}$. Yhtälöstä (42) nähdään, että kun lämmitinlangan kanssa sarjassa oleva vastus R_B kasvaa, systeemi lähestyy virtabiasta eli yhtälöä (6). Jännitelähteeltä vaaditaan kuitenkin usein tässä tapauksessa niin suuria ulostulo virtoja, jotta päästään halutulle tarkkuustasolle, että niitä ei pystytä tuottamaan varsinkaan lukitusvahvistimen signaaliulostulosta [10]. Pienellä vastuksen R_B arvolla taas lämpötilaoskillaatioiden vaikutus mitattavaan jännitteeseen pienenee niin, että lämpötilariippuvuus katoaa. Sopivaa vastusarvoa R_B käyttämällä voidaan siis olettaa virtalähde käytettäessä jännitelähdettä, kun käytetään korjausyhtälöä (42). Tosin tämä on käytännössä haastavaa, koska se edellyttää kaikkien piirissä olevien vastusten arvojen tuntemista.



Kuva 5: Yhteismuotoisen vähennyksen periaate.

Vaihtoehto korjaustermin välttämiseen on niin sanotun yhteismuotoisen vähennyksen (CMS) käyttö, jonka periaate esitetty kuvassa 5 b). Mittauspiiri on muuten identtinen kohdan a) kanssa, mutta siihen on lisätty sarjaan vastus R_D , jonka yli mitataan jännitettä V_D . Lopullinen mittaussignaali on erotus kahdesta signaalista eli $V = V_A - V_D$.

Piirille b)

$$V_A = U \frac{R_A}{R_A + R_B + R_C + R_D} \quad (43)$$

$$V_D = U \frac{R_D}{R_A + R_B + R_C + R_D} \quad (44)$$

Jos oletetaan sarjaankytketylle vastukselle R_D samanlainen riippumattomuus lämpötilasta kuin R_B :llä, $V_A(t)$ vastaa (42) siten että R_B :n perään lisätään R_D . Jännitteelle V_D pätee

$$V_D(t) = U \frac{R_D}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}} \left(1 - \frac{R_{A0} + R_{C0}}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}} \alpha \Delta T(t) \right), \quad (45)$$

jolle on tehty sama approksimaatio kuin kohdassa (40).

Kun virta on $I_0 \approx \frac{U}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}}$, muodostuva kokonaisjännite

$$\begin{aligned}
V(t) &= V_A(t) - V_D(t) \\
&= I_0 R_{A0} \left(1 + \frac{R_B + R_D}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}} \alpha \Delta T(t) \right) - I_0 R_D \left(1 - \frac{R_{A0} + R_{C0}}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}} \alpha \Delta T(t) \right) \\
&= I_0 R_{A0} \left(\frac{R_{A0} - R_D}{R_{A0}} + \frac{R_B + 2R_D + R_D R_{C0} / R_{A0}}{R_D + R_B + R_{A0} + R_{C0}} \alpha \Delta T(t) \right).
\end{aligned} \tag{46}$$

Yhtälöstä (46) saadaan vastusten R_{A0} ja R_D resistanssien ollessa samat

$$V(t) = I_0 R_{A0} \alpha \Delta T. \tag{47}$$

Yhtälö (47) vastaa yhtälöä (6) lukuun ottamatta vakiotermeiä $I_0 R_0$, joten yhtälön (42) mukaista korjauskerrointa ei enää tarvita.

Termi $I_0 R_0$ aiheuttaa mitattavaan jännitteeseen termin $\cos(\omega t)$ eli lämpötilan muutoksesta riippumattoman 1ω jännitteen. Tämän poistuminen parantaa käytännön mittaus-tarkkuutta, koska 1ω jännite on suuruudeltaan jopa 1000 kertainen 3ω signaaliin nähden, jolloin sen poistuminen mahdollistaa suuremman resoluution 3ω signaalille. [10]

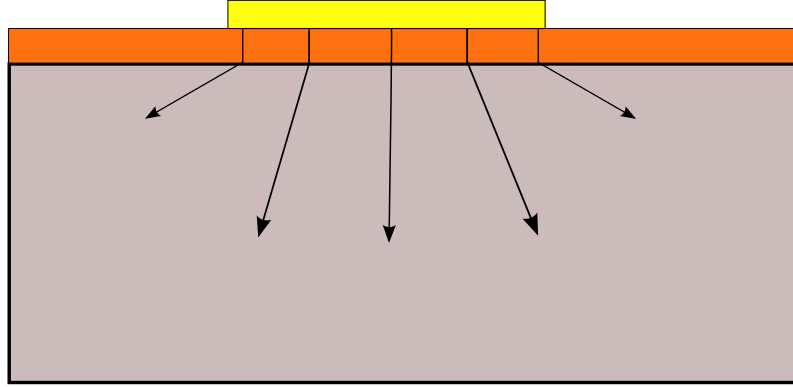
Samassa artikkelissa on tutkittu lisäksi Fourier-esityksen avulla lämmitinlankaan syntyviä virtoja ja havaittu että korkeamman kertaluvun taajuuksien vaikutus virtaan I_0 on mitätön, jolloin voidaan olettaa $I_0 = I_{1\omega}$. Tämä voidaan määrittää hyvällä tarkuudella vaihelukittuvalla vahvistimesta jännitteestä $V_{1\omega}$.

3 Kokeelliset menetelmät

3.1 Ohutkalvon vaikutus

Edellä johdetussa teoriassa ei oleteta lämpövastusta mitattavan kappaleen ja lämmitinlangan välille. Käytännössä tämä voidaan toteuttaa höyrystämällä lanka suoraan mitattavalle näytteelle. Tämä menetelmä ei toimi sähköä johtaville näytteille, vaan langan ja näytteen väliin tarvitaan eristekerros. Lisäksi käytännön sovelluksissa on hyödyllistä, jos lämmitinlanka on ohutkalvolla, jolloin sitä voidaan siirtää näytteeltä toiselle.

Tarkastellessa ohutkalvon sisältämiä systeemiä voidaan olettaa yksiulotteinen lämmönsiirto kalvon läpi, jos kalvo on ohut verrattuna lämmitinviivan leveyteen ja sen lämmönjohtavuus pieni verrattuna näytteeseen [11]. Kuvassa 6 on esitetty yksiulotteinen lämmönsiirto ohutkalvon läpi.



Kuva 6: Yksiulotteinen lämmönsiirtyminen ohutkalvon läpi.

Yksiulotteiselle lämmönsiirrolle kalvon läpi pätee

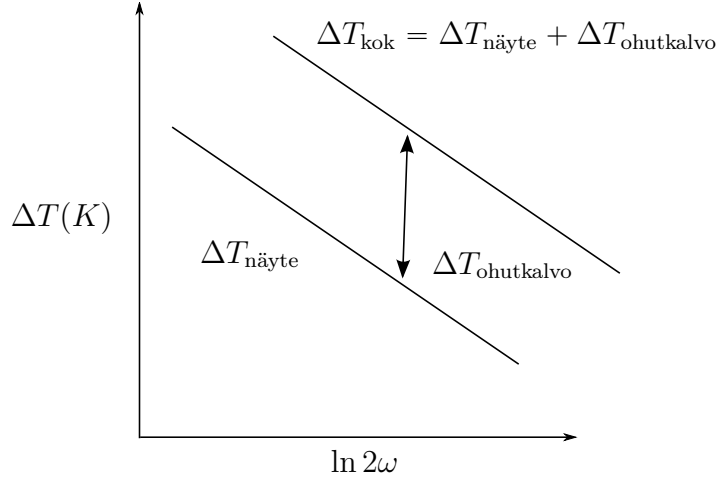
$$\Delta T_F = \frac{Pd_F}{2bl\kappa_F}, \quad (48)$$

missä ΔT_F ohutkalvon vaikutuksesta syntyvä lämpötilaero, d_F on kalvon paksuus ja κ_F sen lämmönjohtavuus. On laskettu ja myös kokeellisesti osoitettu [12], että yksiulotteisessa eristekerroksessa muodostuva lämpötilaero summautuu näytteeseen muodostuvan lämpötilaeron kanssa. Eli muodostuva kokonaislämpötilaero on

$$\Delta T_{\text{kok}} = \Delta T_{\text{näyte}} + \Delta T_{\text{ohutkalvo}} = \Delta T_{\text{näyte}} + \frac{Pd_F}{2bl\kappa_F}, \quad (49)$$

missä $\Delta T_{\text{näyte}}$ on yhtälön (29) mukainen. Kun oletetaan, että $\Delta T_{\text{ohutkalvo}}$ on taajuudesta riippumaton, ohutkalvo aiheuttaa vakiosiirtymän muodostuviin ΔT kuvaajiin (kuva 7).

Ohut kalvo suhteessa viivan leveyteen mahdollistaa yksiulotteisen lämmönsiirron, joten viivan leveyden kasvattaminen lisää lämmönsiirtymisen yksiulotteisuutta. Toisaalta tiedetään, että viivan leveyden on oltava pieni verrattuna termiseen tunkeutumissyvyyteen, jotta viivamaisen lämmönlähteen oletus pätee. Ohutkalvon sisältävissä systeemeissä



Kuva 7: Yksiulotteisen taajuudesta riippumattoman lämmönsiirron vaikutus.

nämä vaatimukset ovat ristiriidassa keskenään, joten optimaalinen viivanleveys suhteessa ohutkalvon paksuuteen on löydettävissä kullekin systeemille. Artikkelissa [13] on tarkasteltu tällaista optimointia tarkemmin. Ohutkalvon sisältävää mittausta suunniteltaessa on valittava ohuin mahdollinen kalvo, koska se mahdollistaa sekä ohuemman lämmitinviivan että yksiulotteisemman lämmönsiirron. Kun kalvo on valittu, voidaan laskea lämmitinviivan leveys mitattavan materiaalin lämmönjohtavuuden mukaan siten, että tehdään pienin mahdollinen poikkeama teoreettisesta mallista.

3.2 Mittauskokoontapano

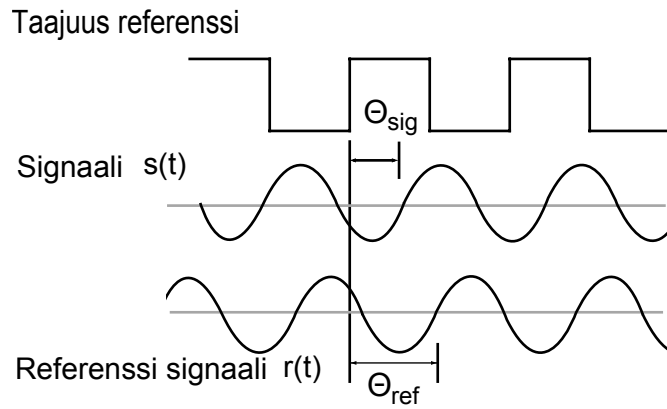
3.2.1 Vaihelukittuva vahvistin

Vaihelukittuva vahvistin on yleisesti pienten signaalien mittaamiseen käytetty laite, jolla saavutetaan huomattavan hyvä signaali-kohina suhde. Perinteisessä analogisessa vahvistimessa mitattavaan systeemiin johdetaan vakiotaajuuksinen mittaussignaali (kuva 8), ja vahvistin tunnistaa systeemissä syntyvän vasteen kyseisellä taajuudella tai sen harmonisella monikerralla. Kuvassa 9 on esitetty lukitusvahvistimen ja sen sisältämän vaiheherkän ilmaisimen perustoimintaperiaate. Taajuusreferenssi voi olla esimerkiksi taajuusgeneraattorin sisäinen synkronisaatio-ulostulo, jonka mukaan tuotetaan referenssisignaali $r(t) = V_R \sin(\omega_R t + \theta_R)$. Lukitusvahvistimen sisäinen kerroinpiiri kertoo mitattavan signaalin $s(t) = V_S \sin(\omega_S t + \theta_S)$ referenssisignaalin kanssa, jolloin muodostuu tulosaali

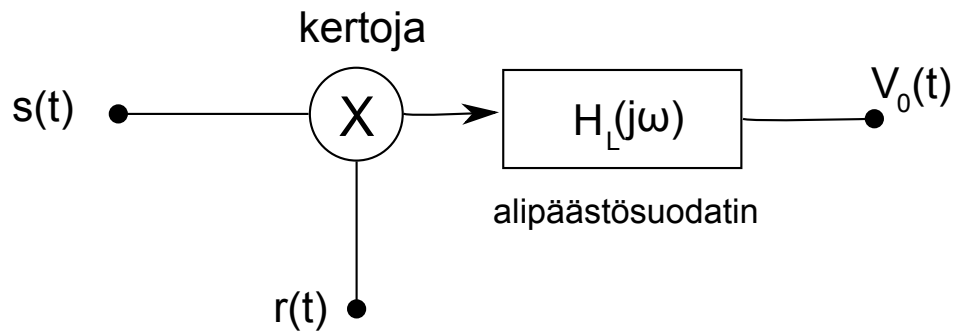
$$p(t) = \frac{1}{2} V_R V_S \cos((\omega_S - \omega_R)t + \theta_S - \theta_R) - \frac{1}{2} V_R V_S \cos((\omega_S + \omega_R)t + \theta_S + \theta_R). \quad (50)$$

Kerrottu signaali sisältää kaksi AC-signaalia taajuuksilla $(\omega_S + \omega_R)$ ja $(\omega_S - \omega_R)$. Jos $\omega_S = \omega_R$,

$$p(t) = \frac{1}{2} V_R V_S \cos(\theta_S - \theta_R) - \cos(2\omega_S t + \theta_S - \theta_R). \quad (51)$$



Kuva 8: Lukitusvahvistimen signaalit.



Kuva 9: Lukitusvahvistimen peruseriaate.

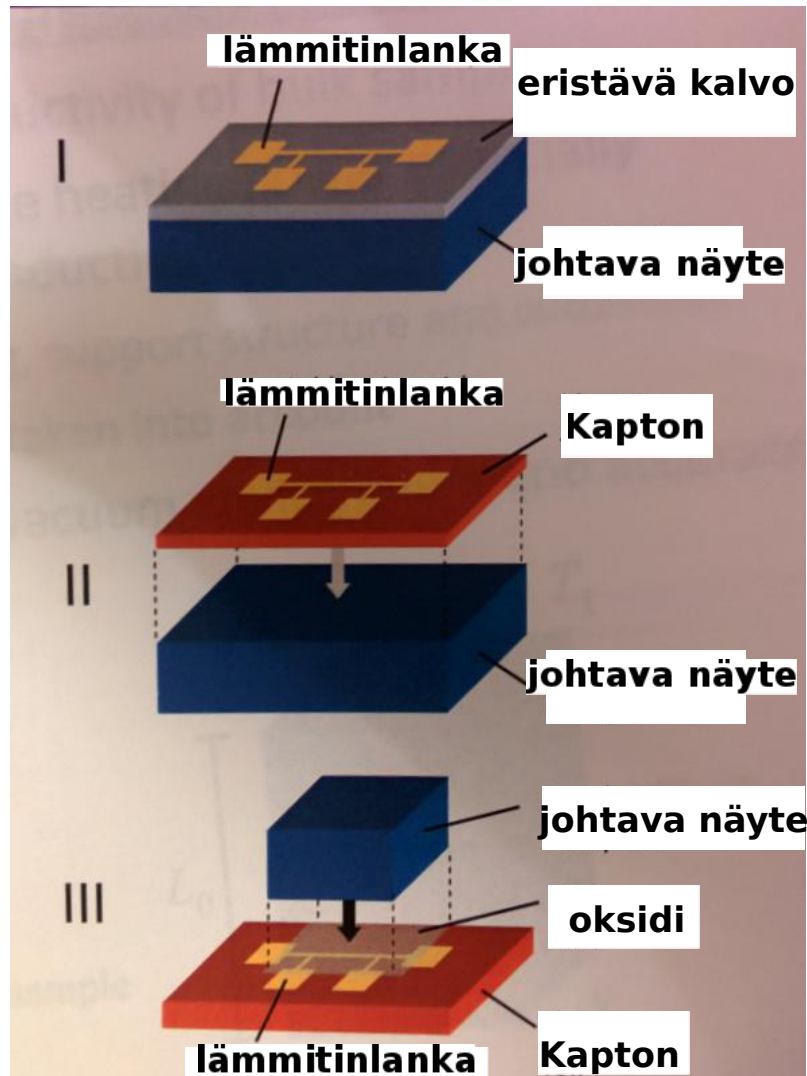
Kun tulosaika kulkee kuvan 9 mukaisesti alipäästösuodattimen läpi, summatermiä edustava signaalin osa suodattuu pois. Jäljelle jää ainoastaan signaaliin verrannollinen termi, jota voidaan vahvistaa edelleen. Alipäästösuodatin toimii myös integraattorina poistaen mittauskohinaa.

Yllä oleva kuvaus koskee perinteistä analogista lukitusvahvistinta. Nykyään useimmat käytettävät vahvistimet ovat digitaalisia, mutta toimintaperiaate on sama. Digitaalisissa laitteissa sisääntuleva signaali muutetaan numeroiksi ja kertominen ja suodatus muodostetaan matemaattisesti DSP-piirillä. Referenssisignaali muodostetaan D/A muuntimella, jolloin referenssi on vapaa harmonisista taajuuksista ja sen tarkkuus on suurempi kuin analogisissa laitteissa. Lisäksi analogisissa laitteissa signaaligeneraattorin antaman referenssisignaalin amplitudin vaihtelut näkyvät suoraan sisääntulevan signaalin herkkyydessä, kun taas digitaalisissa amplitudi on vakio. Digitaalisissa laitteissa ei myöskään ongelmaa vaelta-
vien signaalien kanssa, koska jännitteet digitalisoidaan varhaisessa vaiheessa. Analogisten laitteiden herkkyyden on maksimissaan 60dB, digitaalisissa jopa 100 dB. Digitaalisissa vahvistimissa haittapuolena on heikentyvä tarkkuus, kun taajuus kasvaa hyvin suureksi. Tämä johtuu yksinkertaisesti digitaalisten laitteiden kellotaajuudesta riippuvasta näytteistysnopeudesta.

3.2.2 Lämmitinlanka

Lämmitinlangalla on oltava suuri resistanssin lämpötilakerroin eli TCR-kerroin, jotta langaan syntyy mitatattavia resistanssin muutoksia. Kullalla tämä kerroin on suhteellisen suuri, kuten muillakin metalleilla. Lämmitinlanka kasvatettiin Kapton-kalvolle tyhjiöhöyrystämällä kultaa maskin läpi. Maskina käytettiin teräslevystä laserin avulla leikattua niin sanottua stensiilimaskia. Tarttuvuuden parantamiseksi kalvolle höyrystettiin ensiksi noin 10 nm paksuinen kerros kromia ja tämän päälle 100 nm kultaa. Höyrystetyn langan päälle kasvatettiin sähköisenä eristeenä toimiva alumiinioksidikerros kemiallisella kaasufaasipinnoitusmenetelmällä. Käytetyn Kapton kalvon paksuus oli 50 μm ja 125 μm . Näillä paksuuksilla kalvo on taipuisaa, jolloin kalvoa täytyy käsitellä varoen, jotta kultalanka ei mene poikki taipumisen johdosta.

Kuvassa 10 on esitetty erilaiset tavat mitata sähköjohtavaa näytettä eristekerroksen läpi. Tavassa yksi langan ja näytteen väliin on höyrystetty sähköä johtamaton kalvo. Toisessa kohdassa on niin sanottu kalvon sisältävä suora menetelmä, jossa langan sisältävä kalvo asetetaan näytettä vasten. Kolmannen kohdan käännetyssä menetelmässä lanka on edelleen kalvon päällä, mutta myös tämän päällä on ohut eristekerros, jonka päälle näyte asetetaan. Voidaan olettaa, että kolmannen kohdan tapauksessa mitattu lämmönjohtavuus on summa Kaptonin ja näytteen lämmönjohtavuudesta. Mittauksista ISOTAN näytteelle käytettiin kolmannen kohdan käännettyä menetelmää ja muille suoraa.

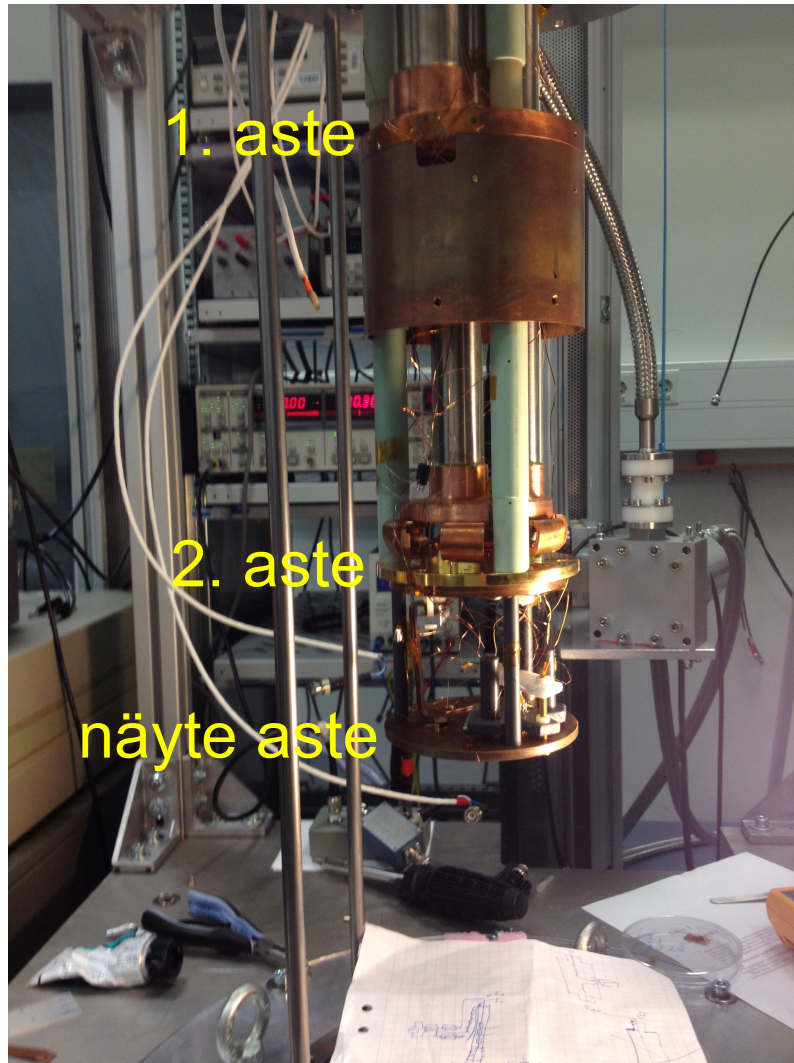


Kuva 10: Erilaiset tavat käyttää eristekerroksen sisältävää mittausasetelmaa.

3.3 Mittaukset

Mittauksia suoritettiin sekä huoneenlämpötilassa että lämpötila-alueella 12-300 K. Jäähdyttimenä toimi Cryomech PT-407RM pulssituubijäähdytin. Pulssituubijäähdytin on suljetun heliumkierron laite, joka perustuu laajenevan heliumkaasun kykyyn absorboida itseensä lämpöä [14].

Kuvassa 11 näkyy pulssituubijäähdyttimen alaosa ja taustalla muuta mittauslaitteistoa. Aivan kuvan yläosassa näkyy osa laippaa, johon pulssituubi on kiinnitetty ja jonka varassa se lasketaan tyhjiökammioon. Vihreät putket ovat lasikuituisia kannatinrakenteita ja niiden keskellä näkyvissä metalliosissa tapahtuu heliumin laajeneminen ja sitä kautta lämmönsiirto pois alimpana näkyvästä näyte asteesta. Ylimpänä oleva ensimmäinen aste jäähtyy noin 40 K lämpötilaan ja sen jäähdytysteho on useita kymmeniä watteja. Kuvassa

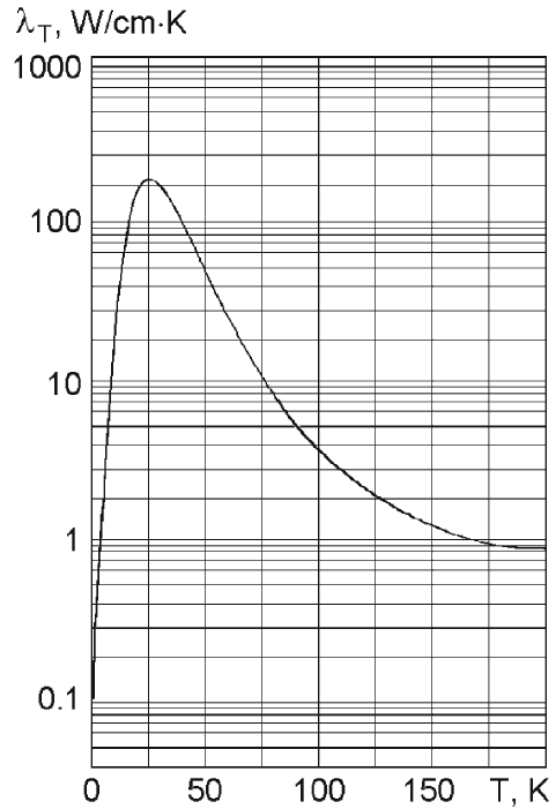


Kuva 11: Pulssituubi-jäähdytin ja mittauslaitteistoa.

näkyvä kullattu kuparikiekkko on toinen aste ja sen jäähdytysteho on 0.6 W lämpötilassa 4,2 K nousten siitä siten, että lämpötilassa 55 K se on 25 W [15].

Lämmönvaihtimissa syntyy pulssien tahdissa mekaanista värinää, jota pyritään poistamaan toisen asteen yläpuolella näkyvällä joustavalla kuparirakenteella. Sylinterimäinen kappale ensimmäisen asteen alapuolella on säteilysuojan osan, johon asetetaan kiinni alempi säteilysuoja. Varsinainen näyteaste, joka sisältää näytteenpitimen on kuvassa kaikista alin kuparikiekkko. Koska jäähdytin toimii jatkuvasti tietyllä lämpötilasta riippuvalla jäähdytysteholla, säädettävä lämpötila-alue saatiin aikaan käyttämällä sähköisiä lämmityselementtejä alimmassa asteessa. Laitevalmistajan ohjeen mukaan jäähdytintä ei tulisi käyttää siten, että ensimmäisen asteen lämpötila ylittää 100 K. Tämän takia lämmönsiirtymistä alimmasta asteesta ylöspäin täytyi vaikeuttaa. Toisaalta jäähtyminen kaikista alimpiin lämpötiloihin täytyi mahdollistaa. Tämä ratkaistiin siten, että alin aste kiinnitettiin huonosti

lämpöä johtavilla PVC-tangoilla toiseen asteeseen ja lämmönsiirto toteutettiin kupariliuskosten ja safiirin eli yksikiteisen alumiinioksidin kautta.



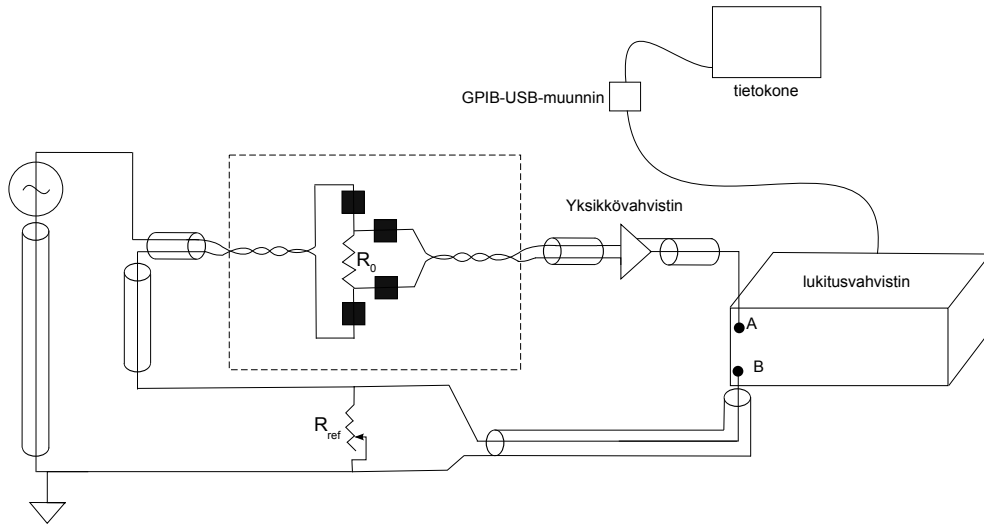
Kuva 12: safiirin lämmönjohtavuus lämpötilan funktiona.

Kuvassa 12 on esitetty safiirin lämmönjohtavuus lämpötilan funktiona. Kuvajassa nähdään safiirin toimivan eristeen tavoin lähellä huoneenlämpötilaa ja kohtuullisen hyvänä lämmönjohteena alle 50 K lämpötilassa. Tämä mahdollistaa systeemille jäähtymisen alhaisiin lämpötiloihin sekä toisaalta estää toisen asteen liiallisen lämpenemisen, kun alimman asteen lämpötila on korkea. Lämpötiloja eri kohdissa laitteistoa mitattiin kolmella LakeShore DT-670 puolijohdeanturilla.

Sähköinen mittauskytkentä on esitetty kuvassa ???. Sylinterimäiset piirroksat kuvaavat koaksiaalista johdotusta, jota pyrittiin käyttämään mahdollisuuksien mukaan kaikkialla laitteistossa pienentämään häiriöitä. Katkoviivalla merkitty alue piirroksessa kuvaa aluetta jäädyttimen sisäpuolella. Täällä johtimet kierrettiin toistensa ympärille, joka osaltaan estää häiriöiden magneettista indusoitumista systeemiin.

Lukitusvahvistimena käytettiin Stanford Research Systems SR830-merkkistä laitetta, joka on digitaalisella DSP-piirillä varustettu kaksikanavainen vahvistin.

Kuvassa 14 on esitettyvähvistimen etupaneeli. Signaalilähteenä käytettiin vahvistimen sisäänrakennettua signaaligeneraattoria, jolla tuotettiin siniaaltoja eri taajuuksilla.



Kuva 13: Mittauskokoontalo



Kuva 14: Lukitusvahvistin SR830 etupaneeli.

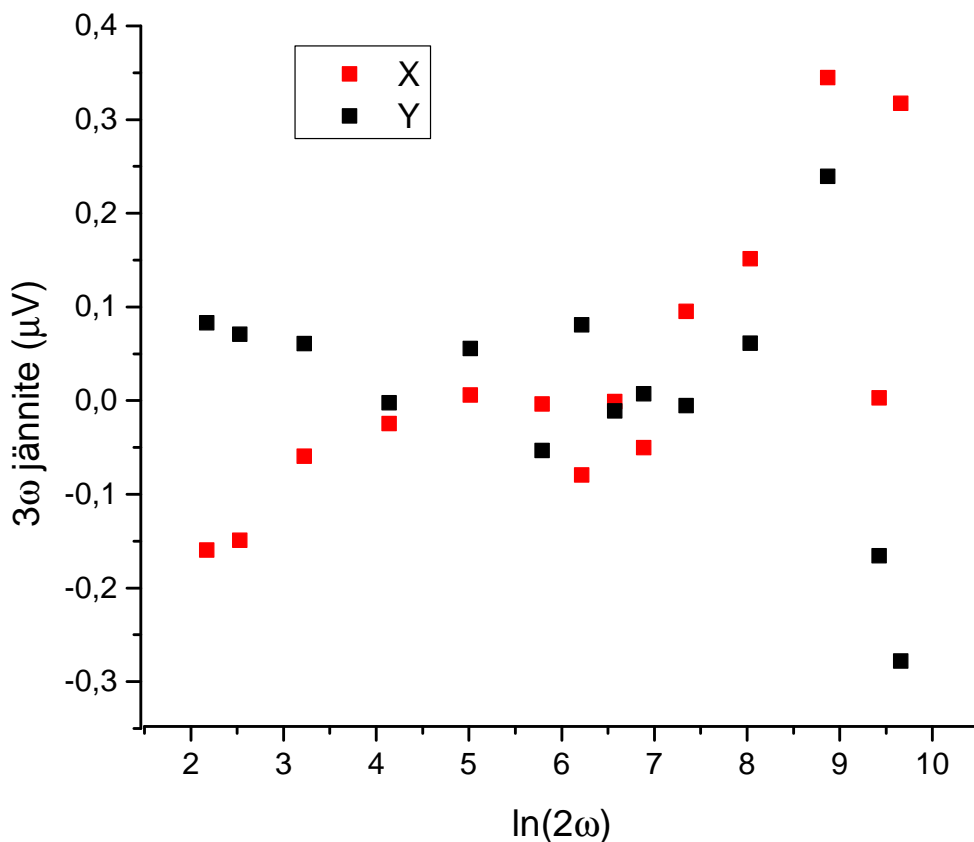
silla. Lämmittävän signaalin amplitudi vaihteli mittauksissa $0.6 \text{ V} - 3.5 \text{ V RMS}$. Lämmittinlangalla syntyvä signaali, joka sisältää sekä $1-$ että 3ω komponentit johdettiin yksikkövahvistimen kautta vaihelukittuvan vahvistimen sisäänmenoon. Yksikkövahvistin on käytännössä differentiaalivahvistin vahvistuksella yksi ja sen merkitys on muodostaa galvaaninen erotus mittaasetelman ja vahvistimen välille. Ennen mittauksia säätövastus R_{ref} säädettiin vastaamaan langan resitanssia R_0 . Tämä tehtiin säätämällä erotussignaali A-B mahdollisimman lähelle nollaa vahvistimen näyttäessä 1ω signaalia. Vahvistinta käytettiin DC-moodissa, koska AC-moodi aiheuttaa virhettä pienillä taajuuksilla. Maadoitus oli ground asennossa, jolloin signaalin nollassa ei lähde vaeltamaan pitkässä mittauksessa kuten float asennossa. Lukitusvahvistimen aikavakio (time constant) valittiin kullekin taajuusalueelle erikseen siten, että se oli aina vähintään muutaman jaksonajan mittainen. Herkkyys asetettiin niin suureksi kuin mahdollista, jotta AD-muuntimen resoluutio olisi mahdollisimman suuri. RC-suodattimen jyrkkyydeksi (slope/oct) valittiin pienin mahdollinen eli 12 dB , koska varsinainen keskiarvoistus hoidettiin ohjelmallisesti.

Mittauslaitteistoa ohjattiin Labview-ohjelmalla, joka luki 3ω jännitteen arvoja noin 10

pistettä sekunnissa. Pistemäärä vaihteli mittausten välillä riippuen signaalin laadusta ollen yleisesti 1200/taajuus. Mittaukset suoritettiin taajuuksilla, jotka ovat tasavälein logaritmisella asteikolla. Taajuusväli määritettiin laskemalla erikseen kullekin materiaalille ja mitauslämpötilalle yhtälön (34) mukaisesti. Lämpötahnana oksidin tai Kaptonin ja näytteen välissä käytettiin piitahnaa (Dow Corning Heat sink compound thermo grease 340).

4 Tulokset

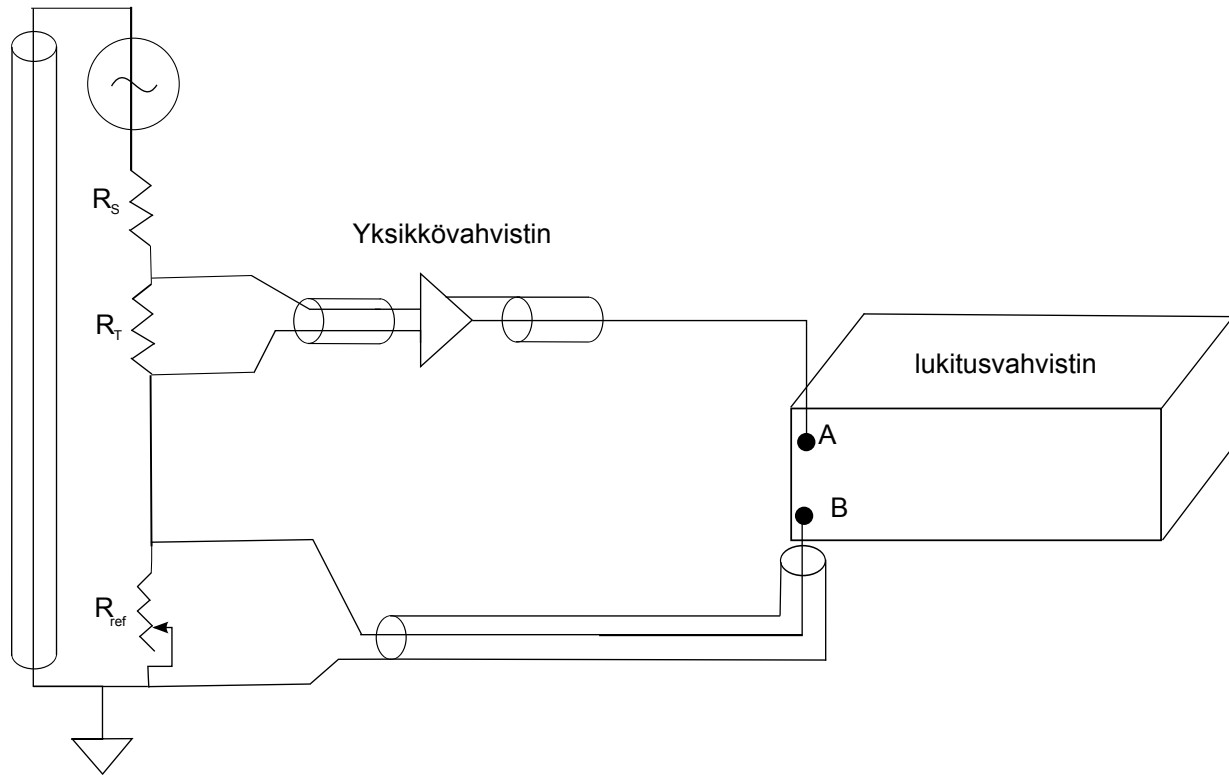
4.1 Lämmönjohtavuus



Kuva 15: Mittauslaitteiston synnyttämä 3ω signaali.

Jännitelähde approksimaation yhteydessä oletettiin, että piirin vakiovastuksilla on olematon resistanssin lämpötilariippuvuus. Tämä tarkistettiin mittaamalla mittauslaitteistossa syntyvää 3ω jännitettä siten, että lämmitinlangan tilalle asetettiin matalan lämpö-

tilakertoimen tarkkuusvastus. Mittauskytkentä on esitetty kuvassa 16, tässä R_T on tarkkuusvastus, R_S 50 Ω shunttivastus ja R_{ref} muissakin mittauksissa käytetty säätövastus.

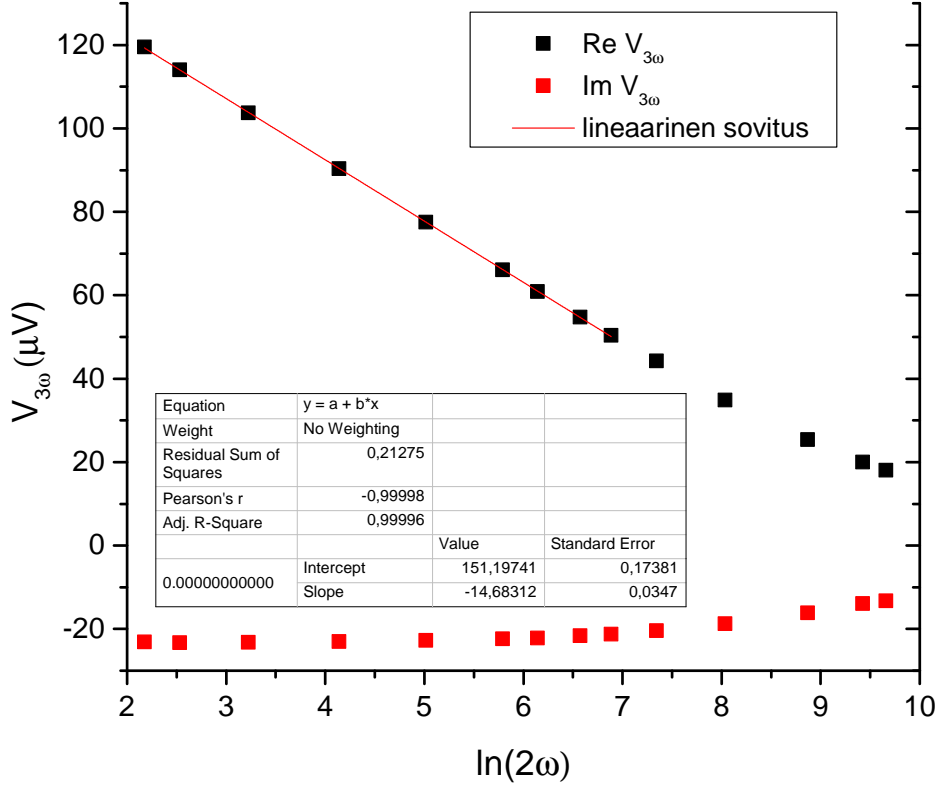


Kuva 16: Mittausasetelman testaamiseen käytetty kytkentä.

Mitatut 3ω jännittet on esitetty kuvassa 15. Tästä nähdään, että jännite on alle $0.4 \mu\text{V}$ välillä $\ln 2\omega = 2-10$, joka on yleisesti mittauksissa käytetty taajuusalue. Signaalitason vaihteluväli mittauksissa oli yleisesti kymmeniä mikrovoltteja, joten mittauslaitteistosta ei synny merkittävää poikkeamaa tuloksiin käytetyllä taajuusalueella. Varsinkin jännitteiden ollessa varsin satunnaisesti jakautuneita. Korkeimmilla ja matalimmilla taajuuksilla systeemaattisuutta alkaa esiintyä.

Mittauslaitteiston toimintaa tarkasteltiin ensiksi mittaalla mahdollisimman yksinkertainen näyte. Tällainen oli borosilikaatti eli lasinpala, jonka pintaan oli höyrystetty suoraan $50 \mu\text{m}$ leveä kultalanka kontakteineen. Mitatut 3ω -jännitteet on esitetty kuvassa 17. Kuvaajan x-vaiheelle tehtiin pienimmän neliösumman suorasovitus ohjelman Origin Pro linear fit-toiminnolla. Sijoittamalla arvot yhtälöön (32), tulokseksi saatiin 1.020 W/m K , joka vastaa varsin hyvin kirjallisuusarvoja 1.08 W/m K ja 1.13 W/m K .

Teorian johdannossa tehtiin approksimaatio yhtälölle (26). Kuvassa 18 on esitetty yhtälön (26) numeerinen ratkaisu ja lineaarinen approksimaatio. Yhtälö ratkaistiin käyttäen Matlabin sisältämää quadqk-funktiota, joka käyttää adaptiivista Gauss-Kronrod quadratuuria integraalin numeeriseen ratkaisemiseen. Vertaamalla numerista ratkaisua ja mitattuja käyriä borosilikaatille nähdään, että korkeilla taajuuksilla imaginääri- ja reaaliosan



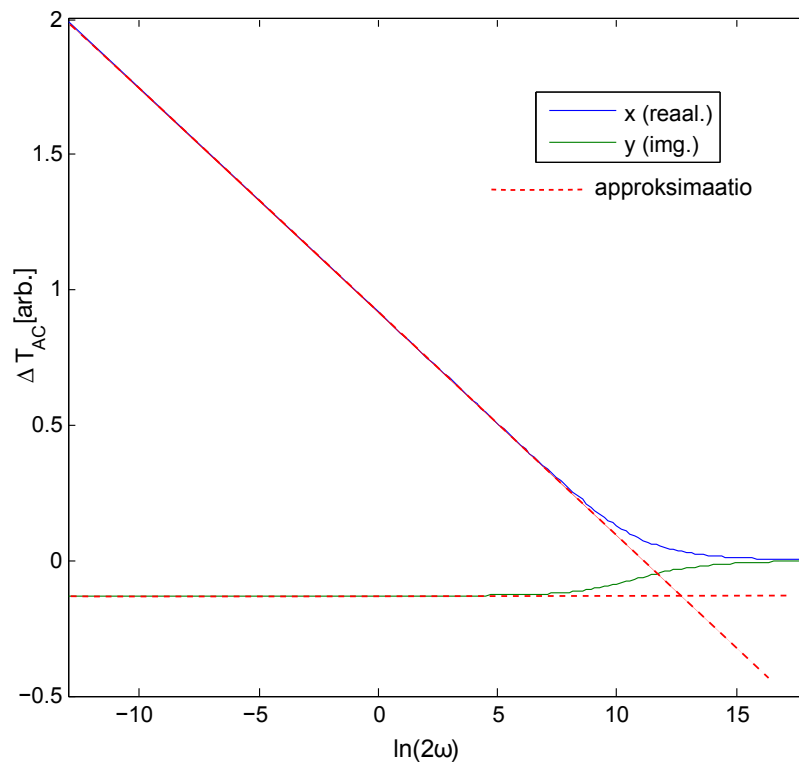
Kuva 17: Borosilikaatti näyteelle mitatut reaali- ja imaginääriosat sekä reaali-osalle tehty suorasovitus.

käyrät kääntyvät mallin ennustamalla tavalla. Myös tämä vahvistaa päättelyä siitä, että mittauslaitteisto toimii halutulla tavalla ja antaa oikeansuuntaisia tuloksia.

Taulukossa 1 on esitetty tunkeutumissyvyydet eri materiaaleissa huoneenlämpötilassa.

Borosilikaatti näyte oli noin 5 mm paksuinen, joten pienimmälläkin käytetyllä taajuudella tunkeutumissyvyys on alle viidesosa näytteen paksuudesta eli $t_s/5 > \lambda$. Tämä tarkoittaa sitä että lämpöaallot eivät merkittävästi tunkeudu allaolevaan materiaaliin ja siten näy käyrässä pienillä taajuuksilla.

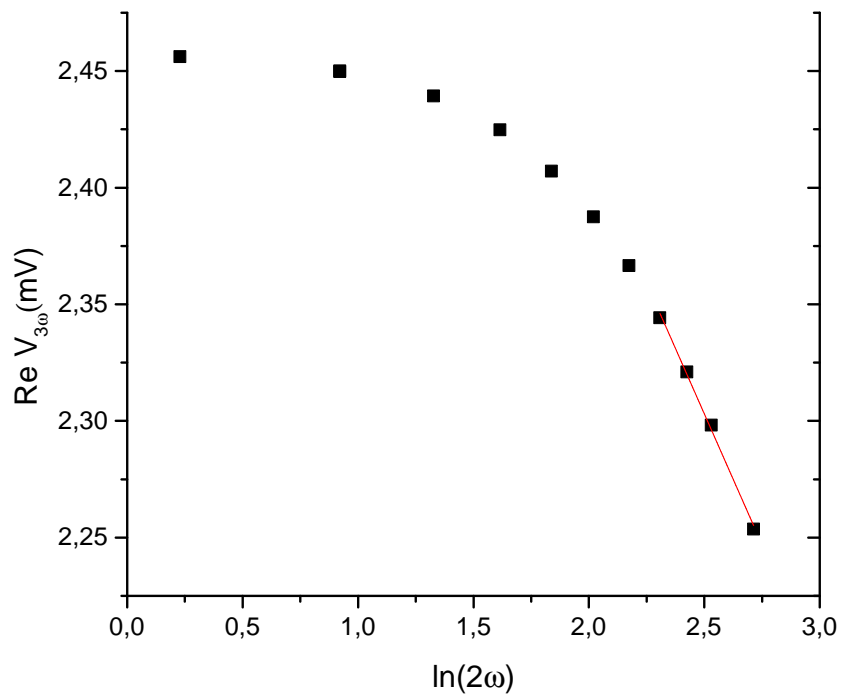
Kuvassa 19 on esitetty mittaustulokset systeemille, jossa 125 μm Kapton kalvon alla oli 10 mm kuparikappele. Kuvaajasta nähdään, että lineaarisuus häviää noin kohdassa $\ln(2\omega) = 2.3$, joka vastaa taulukon 1 perusteella tunkeutumissyvyyttä noin 145 μm . Tästä voidaan päätellä että taajuudelle laskettu alaraja $t_s/5 < \lambda$ on mahdollisesti ylimitoitettu ja pikemminkin $t_s < \lambda$ on mahdollinen.



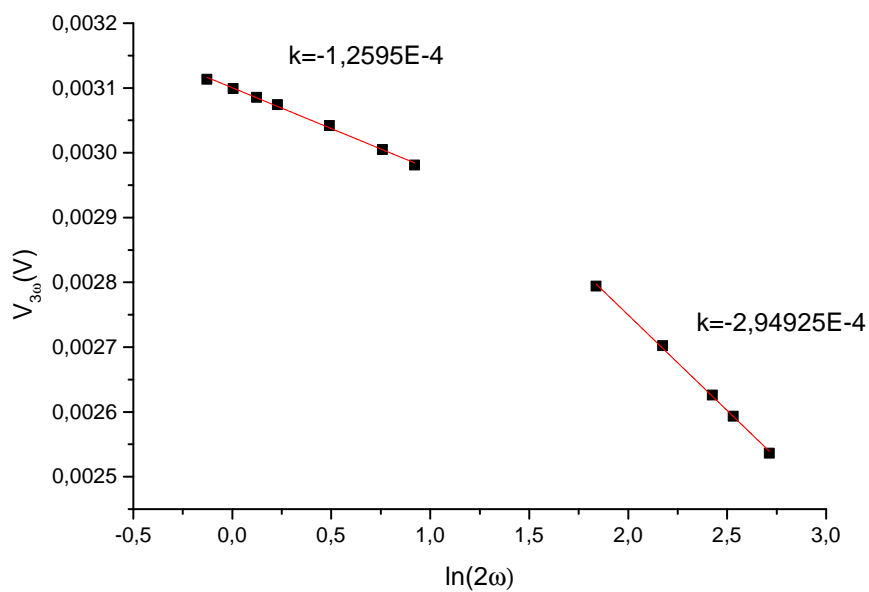
Kuva 18: Yhtälön 26 numeerinen ratkaisu ja lineaarisen approksimaation osoittavat katkoviivat.

Taulukko 1: Yhtälön 16 mukaan lasketut tunkeutumissyvyydet eri materiaaleissa.

		KAPTON	ISOTAN	borosilikaatti
Lämmönjohtavuus		0.37	21.7	1.14
Tiheys		1420	8900	2230
Ominaislämpökapasiteetti		1090	410	750
		KAPTON	ISOTAN	borosilikaatti
taajuus(Hz)	$\ln 2\omega$	WPD (um)	WDP a (um)	WDP a (um)
0.1	0.23	436	2175	736
0.2	0.92	308	1538	521
0.3	1.33	252	1256	425
0.5	1.84	195	973	329
0.7	2.17	165	822	278
1	2.53	138	688	233
2	3.22	98	486	165
3	3.63	80	397	134
5	4.14	62	308	104
7	4.48	52	260	88
10	4.83	42	218	74
15	5.24	36	178	60
20	5.53	31	154	52
40	6.22	22	109	37
70	6.78	16	82	28
100	7.14	14	69	23
200	7.83	10	49	16
500	8.75	6	31	10
1000	9.44	4	22	7

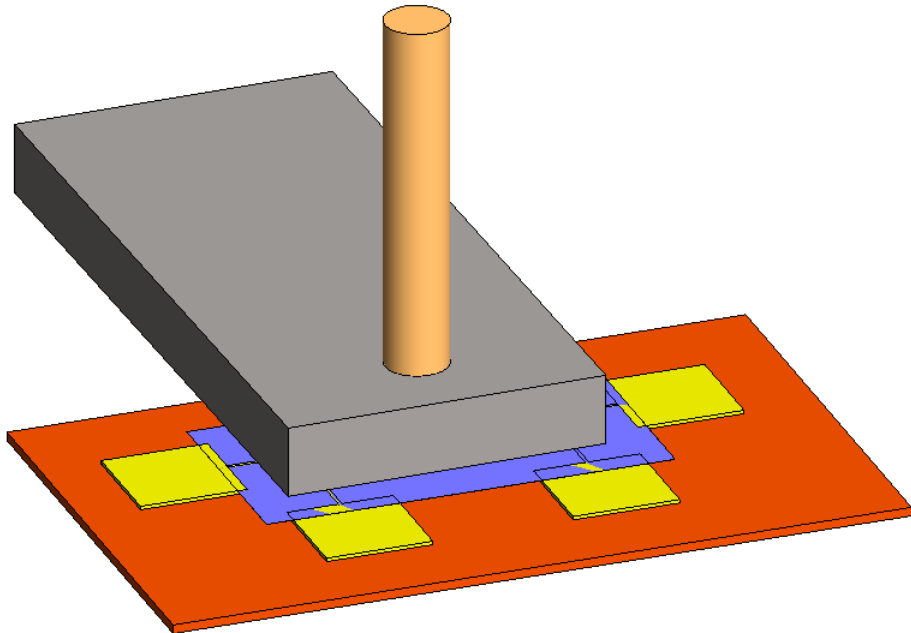


Kuva 19: 3ω jännitteen reaaliosa mitattaessa 125 μm Kaptonin läpi paksua kuparikapetta.



Kuva 20: 3ω -jännitteen reaaliosa mitattaessa 125 μm paksun Kaptonin läpi borosilikaattilasiala.

Kuvaajassa 20 on esitetty 125 μm paksun Kapton kalvon läpi mitattu borosilikaatti lasi. Kuvaajassa nähdään kaksi toisistaan selkeästi poikkeavaa kulmakerrointa, joihin on tehty suorasovitus. Taajuusalue 1,5-3 vastaa 80-110 μm tunkeutumissyvyyttä, eli lämpöaallot pysyttelevät pääosin Kaptonissa. Taajuusalue 0,5-1 taas vastaa 138-500 μm tunkeutumissyvyyttä Kaptonissa, jolloin lämpöaallot ovat selkeästi lasin puolella.

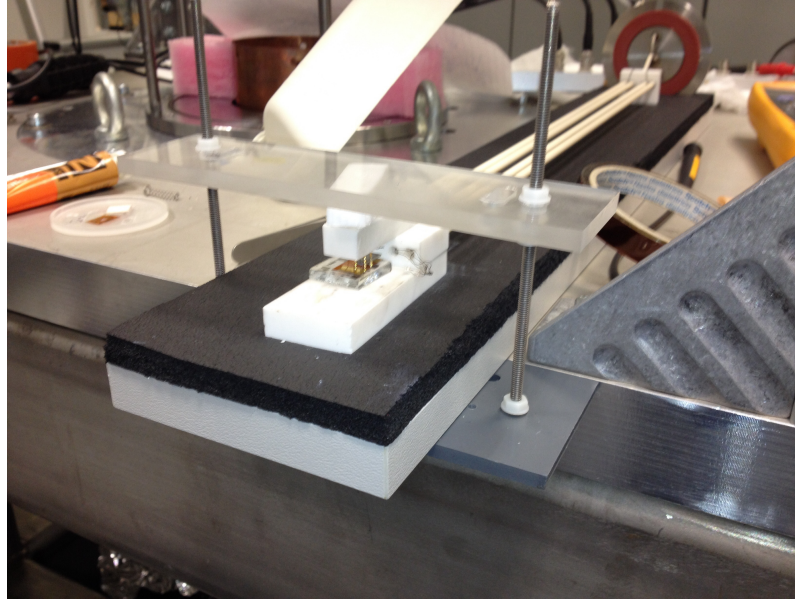


Kuva 21: ISOTAN-näytteen mittaamiseen käytetty mittausero. Sininen alue kuvaa alumiinioksidia.

ISOTAN näytettä mitattiin kuvan 21 mukaisesti oksidikerroksen läpi. Mittauksissa havaittiin, että näytettä täytyi painaa varsin voimakkaasti lämmitinlankaa vasten, jotta lämmönsiirto näytteeseen tapahtuu. Lämpötahnaa asetettiin hyvin ohut nauhamainen viiru oksidin päälle langan kohdalle ja sen jälkeen laskettiin ISOTAN näyte sen päälle.

Puristusvoiman testaamiseksi rakennettiin kuvan 22 mukainen laitteisto, jossa voimaa voitiin säätää kiristämällä ruuveja, jolloin muovikappaleet toimivat jousina painaen metallitangon välityksellä ISOTAN näytettä kalvoa vasten. Kuvissa 23 ja 24 on esitetty mitatut reaali- ja imaginääriosat käytettäessä erilaista puristusvoimaa. Mittauksessa 1 puristusvoimaa ei ollut lainkaan ja siitä eteenpäin puristusvoimaa lisättiin kääntämällä muttereita aina muutama kierros lisää.

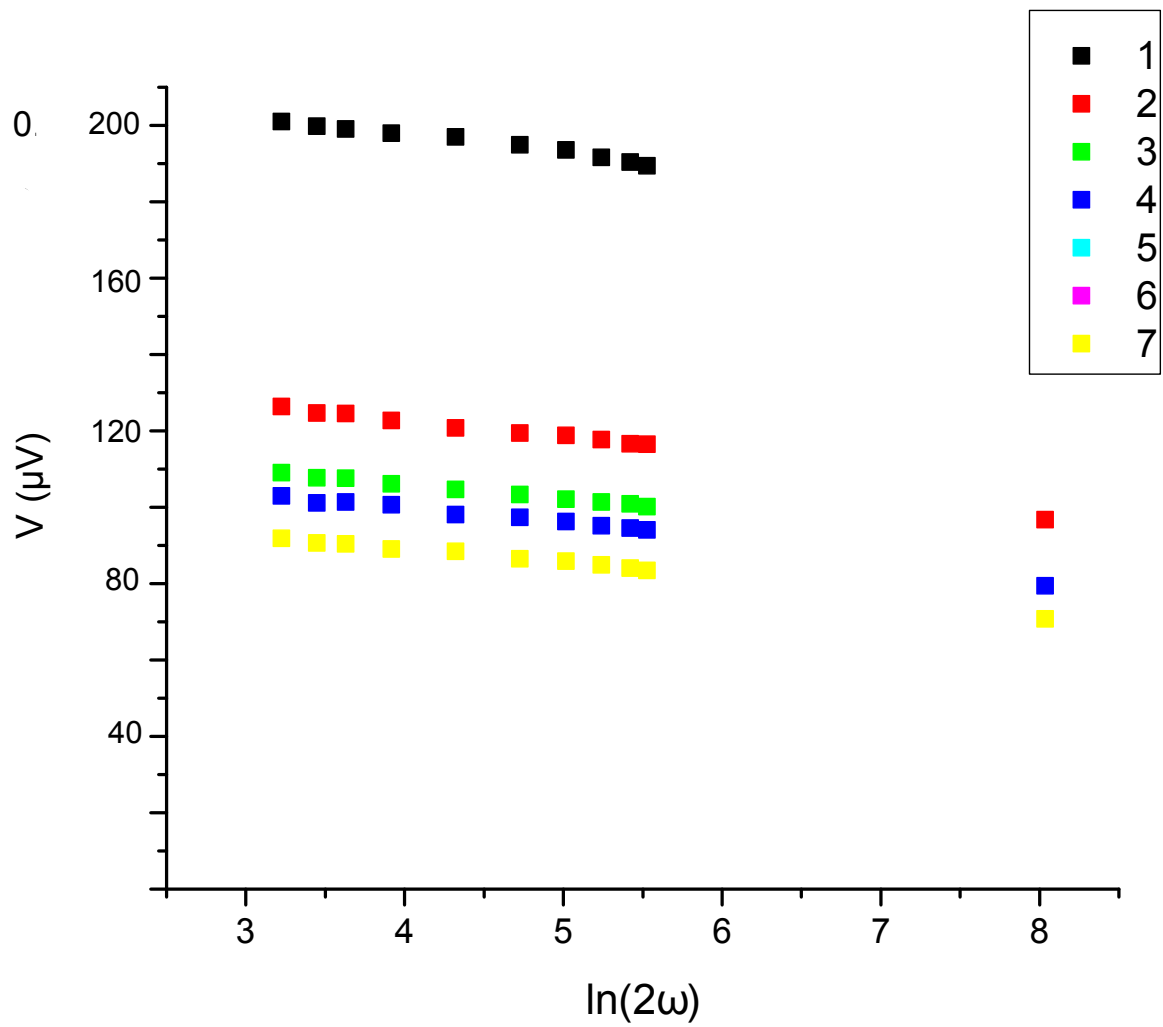
Kuvasta 23 nähdään, että paineen lisääntyessä 3ω jännitteen reaaliosa pienenee. Tästä



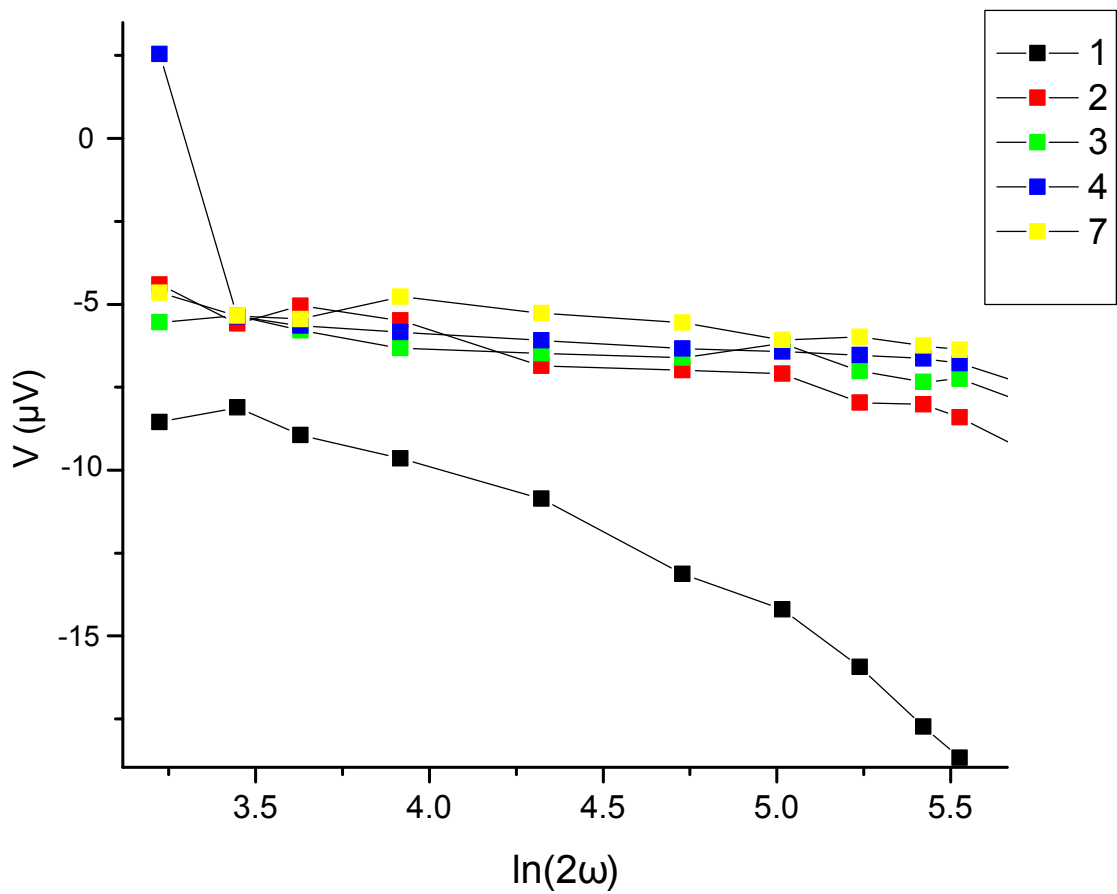
Kuva 22: Puristusvoiman vaikutuksen testaamisen mittaasetelma.

voidaan päätellä, että tällöin lämmönsiirto oksidin läpi ISOTAN näytteeseen kasvaa, koska $|3\omega|$ jännite on suoraan verrannollinen $|\Delta T|$ ja suurempi lämmönjohtavuus tarkoittaa pienempää ΔT . Vastaavasti kuvasta 24 nähdään imaginääriosan muuttuvan lähemmäksi vakiota painetta lisättäessä, jolloin se vastaa paremmin teorian antamaa mallia.

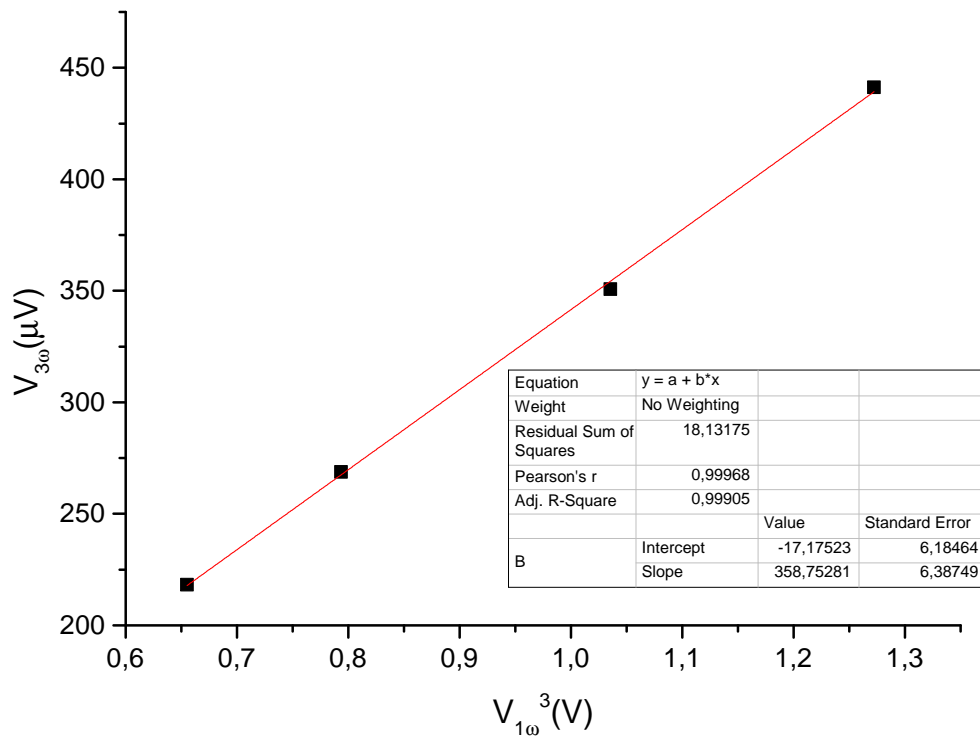
Teoria ei anna selviä rajoituksia käytettävälle lämmitysteholle, joten asiaa tutkittiin käytännössä mittaamalla 3ω jännite eri lämmitystehoilla samalla taajuudella. Kuvassa 25 on esitetty 1ω jännitteen kuution ja 3ω jännitteeseen suhde. Yhtälön 30 mukaan näillä on oltava lineaarinen riippuvuus. Kuvan perusteella riippuvuus on lineaarinen, tosin mittauspisteitä on vain neljä.



Kuva 23: Mitattu reaaliosta lisättäessä puristusvoimaa.



Kuva 24: Mitattu imaginääriosia lisättäessä puristusvoimaa.



Kuva 25: 3ω jännite eri 1ω jännitteiden kuutioiden funktiona.

4.2 Virhetarkastelu

Mittausten epävarmuudet määritettiin käyttäen yleistä virheen etenemislakia, [16] jossa lasketaan kontribuutiot kullekin virhelähteelle erikseen ja yhdistetään ne neliöllisesti

$$\Delta_{kok} = \sqrt{\sum_{i=1}^n (C_i \delta_i)^2}. \quad (52)$$

Yhtälössä C_i on herkkyyskerroin ja δ_i vastaavan suureen standardivirhe. Herkkyyskerroin kuvaa kyseisen muuttujan virheen vaikutuksen suuruutta ja se muodostetaan osittaisderivaattana muuttujan suhteen. Alla on esitetty herkkyyskerroimet yhtälön (32) kullekin suurelle:

$$\begin{aligned} C_R &= \frac{\partial \kappa}{\partial R} = -\frac{2V_0^3 S}{4\pi l R^3 k}, & C_{V_0} &= \frac{\partial \kappa}{\partial V_0} = \frac{3V_0^2 S}{4\pi l R k}, \\ C_l &= \frac{\partial \kappa}{\partial l} = -\frac{V_0^3 S}{4\pi l^2 R^2 k}, & C_S &= \frac{\partial \kappa}{\partial S} = \frac{V_0^3}{4\pi l R^2 k}, \\ C_k &= \frac{\partial \kappa}{\partial k} = -\frac{V_0^3 S}{4\pi l R k^2}, \end{aligned}$$

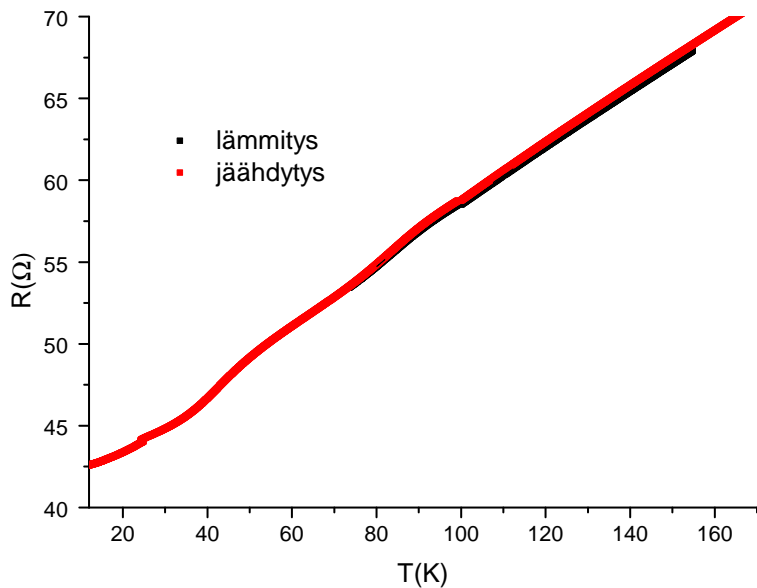
4.2.1 Standardivirheet

δ_R Resistanssi mitattiin käyttäen Agilent 3458A yleismittarin nelipistemittausta, jonka mittausepävarmuus 100Ω alueella on alle 30 ppm [17]. Mittauksissa syntyvä todellinen epävarmuus resistanssille on kuitenkin suurempi johtuen lämpötilan hienoisesta muuttumisesta mittauksen aikana ja tälle arvioitu epävarmuus on $0,05 \Omega$.

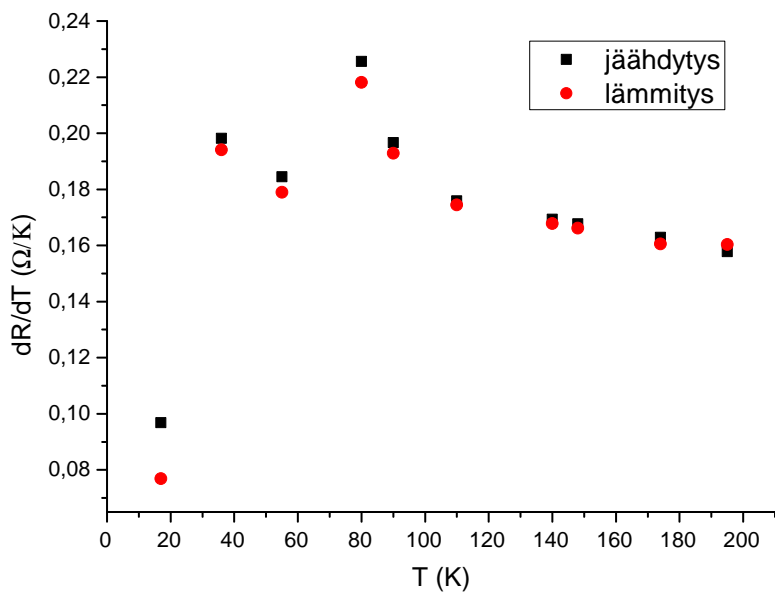
δ_{V_0} Jännite lämmitinlangan yli mitattiin käyttäen lukitusvahvistinta SR830. Tyypillinen mittausepävarmuus tälle on $0,2\%$ [18]. Käytetään tätä epävarmuutena laskien se erikseen kullekin lämmitysteholle.

δ_l Langan pituuden epävarmuus aiheutuu pääosin käytetyn litografia maskin mittojen epävarmuuksista. Käytetyllä maskilla ja litografiaprosessilla valmistetun lämmitinlangan pituus on tarkistettu käyttäen apuna optista mikroskooppia. Epävarmuudeksi arvioitiin tällöin $25 \mu\text{m}$ [19].

δ_S Resistanssin lämpötilakerroin määritettiin R vs T pistejoukkoon sovitetun suoran kulmakertoimesta. Resistanssi mitattiin Agilent 3458A yleismittarilla ja lämpötila DT-670 puolijohde anturilla. Kuvaajassa 26 on esitetty yön aikana tapahtuneen jäähtymisen ja seuraavana päivänä sähkövastuksen avulla tehdyn lämmityksen aikana mitatut resistanssin lämpötilakäyrät. Kuvaajassa 27 on määritetty lämpötilakerroimet lineaarisena suorasovituksena kahden asteen lämpötilaväleillä molemmista käyristä. Suorasovituksen epävarmuus oli korkeimmillaan luokkaa $0,0002$. Arvoissa on havaittavissa selkeää poikkeamaa varsinkin alle 120 K lämpötilassa. Resistanssin ja lämpötilan mittaukset itsessään ovat tarkkoja verrattuna havaittuun poikkeamaan, joten näistä ei löydy selitystä. Kuvaajasta 26 nähdään että resistanssi lämmityksen ja jäähtymisen aikana on muuttunut. Kuvaajassa 28

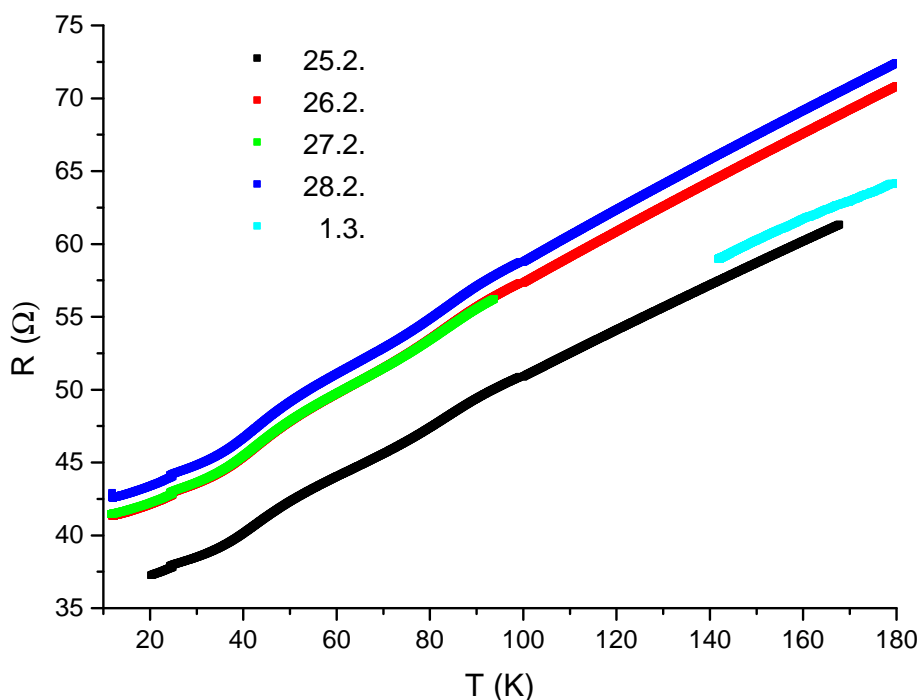


Kuva 26: Yön yli jäähdytyksen ja lämmityksen aikana mitatut resistanssin lämpötilakäyrät.



Kuva 27: Kuvan (a) käyristä määritetyt resistanssin lämpötilakertoimet.

on esitetty viikon aikana yön yli hitaasti tapahtuneiden jäädytysten resistanssin lämpötilakäyrät. Käyrissä nähdään eri jäädytysten aikana tapahtuneita muutoksia langan kokonaisresistansseissa, mutta käyrien muodot vastaavat toisiaan. Käyrissä nähdään varsin voimakkaita muutoksia alle 120 kelvinin lämpötilassa, joten voidaan olettaa että havaitut poikkeamat johtuvat hivenen muuttuneen resistanssin aiheuttamasta siirtymisestä eri kohtaan mutkaisella käyrällä.



Kuva 28: Yön yli jäädytyksen aikana mitatut resistanssin lämpötilakäyrät eri jäädytyksille.

Laskuissa käytettiin jäädytyksen aikana mitattua resistanssin lämpötilakäyrää, vaikka lämmittämällä mitattu voisi vastava paremmin todellista, koska jäädytys tapahtuu niin hitaasti, että voidaan olettaa langan ja lämpömittarin olevan samassa lämpötilassa, kun taas lämmityksen aikana tästä ei ole varmuutta. Epävarmuus arvioitiin siis kuvaajan 27 perustella alle 30 K lämpötilassa olevan 0,03, välillä 30 – 120 K 0,01 ja yli 120 K 0,005.

δk Pistejoukkoon $\ln 2(\omega)$ vs $V_{3\omega}$ sovitetun suoran kulmakertoimen virhe koostuu suoran-sovituksen virheestä ja teorian oletuksien aiheuttamista virheistä. Määrittämiseen käytetty taajuusalue valittiin kussakin lämpötilassa yhtälön (34) mukaan, jolloin voidaan olettaa teoreettisen mallin pätevän. Virhe muodostuu siis pelkästään suorasovituksen virheestä kussakin lämpötilassa erikseen.

Jotta voitaisiin arvioida epävarmuuksien lähteitä tarkemmin muodostettiin epävar-

Taulukko 2: Epävarmuusbudjetti lämpötilassa 24,3 K

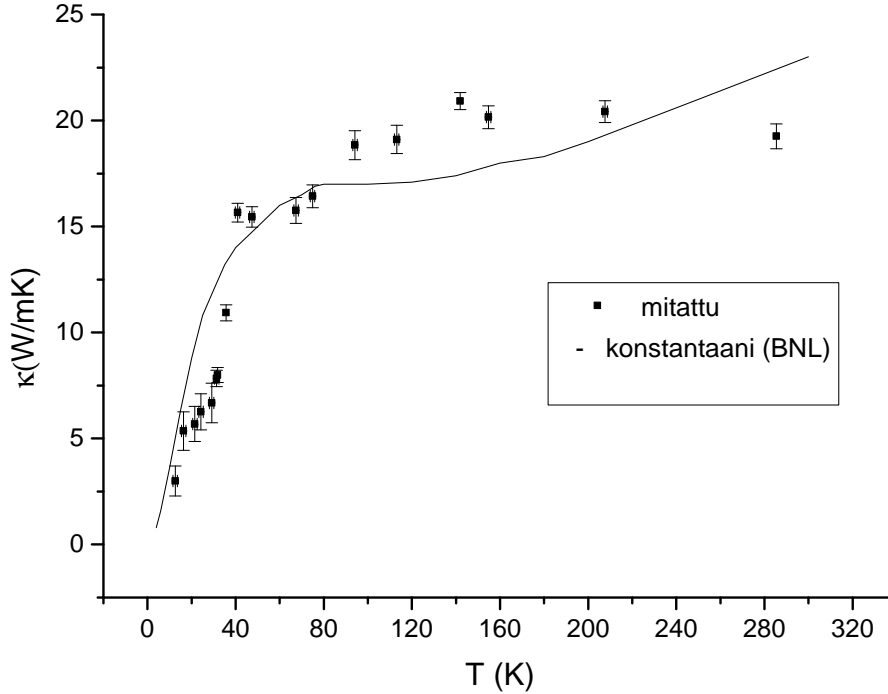
lähde	stand. epävarmuus δ_i	jakauman muoto	korjauskerroin	herkkyyskerroin C_i	kontribuutio	
S	0,03	suorakaide	$\sqrt{3}$	-47,8097	-0,82809	
V_0	4,63E-4	suorakaide	$\sqrt{3}$	-81,09133	-0,02168	
l	2,5E-5	suorakaide	$\sqrt{3}$	-1787,87074	-0,02581	
R	0,05	normaali	1 (k=1)	-0,29517	-0,01476	
k	8,9648E-8	normaali	1 (k=1)	1,90668E6	0,17093	
$\kappa = 6, 25755$			yhdistetty epävarmuus (k=1)		0,84635	
					yhdistetty laajennettu epävarmuus (k=2)	1,6927
					suhteellinen laajennettu epävarmuus (k=2)	27 %

muusbudjetit kahdessa eri lämpötilassa. Taulukossa 2 on esitetty epävarmuusbudjetti lämpötilassa 24,3 K tehdyille mittaukselle. Korjauskerroin on jakauman muodosta tuleva kerroin, jolla korjataan suorakaiteen muotoinen jakauma vastaamaan normaalijakautunutta muuttujaa. Kaikille muuttujille, joille ei oltu ilmoitettu jakauman muotoa käytettiin suorakaiteen muotoista jakaumaa. Laajennettu epävarmuus $k = 2$, joka vastaa 95% luottamusväliä saatiin yksinkertaisesti kertomalla yhdistetty epävarmuus kahdella.

Taulukko 3: Epävarmuusbudjetti lämpötilassa 207,7 K

lähde	stand. epävarmuus δ_i	jakauman muoto	korjauskerroin	herkkyyskerroin C_i	kontribuutio	
S	0,03	suorakaide	$\sqrt{3}$	-128,21029	-0,37011	
V_0	4,63E-4	suorakaide	$\sqrt{3}$	-118,62287	-0,07073	
l	2,5E-5	suorakaide	$\sqrt{3}$	-5833,9859	-0,08421	
R	0,05	normaali	1 (k=1)	-0,53826	-0,02691	
k	8,9648E-8	normaali	1 (k=1)	4,813E6	0,3276	
$\kappa = 20, 41895$			yhdistetty epävarmuus (k=1)		0,50707	
					yhdistetty laajennettu epävarmuus (k=2)	1,01414
					suhteellinen laajennettu epävarmuus (k=2)	5 %

Taulukossa 3 on esitetty vastaava budjetti 207,7 K lämpötilassa. Virheet muissa lämpötiloissa määritettiin vastaavalla tavalla. Kuvassa 29 on esitetty mitatut lämmönjohtavuuden arvot virheineen ISOTAN:lle lämpötila-alueella 12-300 K. Kirjallisuusarvona käytettiin konstantaania ($^{55}\text{Cu}^{45}\text{Ni}$) [20], koska ISOTAN:lle ei löydetty luotettavaa lähdettä.



Kuva 29: ISOTAN näytteelle mitatut lämmönjohtavuuden arvot lämpötila-alueella 12-280 K.

5 Johtopäätökset

Borosilikaattilasilla tehdyistä mittauksista voidaan päätellä mittaustilanteen toimivan halutulla tavalla. Mitattaessa Kapton kalvoa kuparin päällä havaittiin lineaarisuuden katoavan noin kohdassa $\lambda = t_s$. Tästä voidaan päätellä että yhtälön (33) mukainen alaraja taajuudelle on mahdollisesti ylimitoitettu. Käytettävälle lämmitysteholle ei juuri asetettu rajoituksia kirjallisuuden puolella. Teoria sisältää kuitenkin oletuksen pienistä tehoista, joten tämän tarkempi tutkiminen olisi kiinnostavaa. Tekemämme hyvin suppea testi osoittaa, että käyttämämme lämmitystehot eivät olleet liian suuria.

Mitattaessa lasia Kapton kalvon läpi havaittiin kaksi selkeästi toisistaan poikkeavaa kulmakerrointa, joiden perusteella voidaan määrittää molempien lämmönjohtavuus käyttämällä eri taajuusaluetta. Periaatteessa tämä mahdollistaa monikerroksisten aineiden lämmönjohtavuuden määrittämisen pelkästään valitsemalla tietty taajuusalue. Käytännössä asia ei ole välttämättä niin yksinkertainen, koska ylemmätkin kerrokset vaikuttavat alempaan siirtyviin lämpöaaltoihin.

Termisen kontaktin laatu on otettava huomioon, etenkin käännettyssä menetelmässä. Artikkelissa [21] on kuvailtu samakaltaisia haasteita termisen kontaktin kanssa ja havait-

tu, että puristuvoimaa lisäämällä saadaan hyviä tuloksia. Kun puristusvoima on riittävä, voidaan termisen kontaktin olettaa aiheuttavan samanlaisen taaajuudesta riippumattoman vakiosiiirtymän käyrille, kuin ohutkalvonkin tapauksessa. Käänteisessä menetelmässä voidaan olettaa alemman kalvon lämmönjohtavuuden summautuvan ylemmän kanssa, jos lämpökontakti on riittävän hyvä.

ISOTAN:lle mitatut lämmönjohtavuuden arvot vastaavat varsin hyvin kirjallisuusarvoa virherajojen puitteissa. Vaikka konstantaanin koostumus poikkeaa ISOTAN:sta, voidaan sen olettaa olevan hyvä suuntaa antava lähdemateriaali mittausten tässä vaiheessa. Mittausten epävarmuus on suuri johtuen vähäisistä mittaussuuruuksista ja toistojen lisääminen parantaisi luotettavuutta. Suurimman kontribuution kokonaisepävarmuuteen aiheuttaa resistanssin lämpötilakertoimen ja $\ln 2(\omega)$ vs $V_{3\omega}$ suoran kulmakertoimen määrittäminen. Resistanssin lämpötilakertoimen epävarmuus on suurta varsinkin alle 120 K lämpötiloissa, koska käyrässä on suuria muutoksia sillä alueella. Mitään fysikaalista selitystä näille muutoksille ei ole löydettävissä, joten ne luultavimmin johtuvat mittaussuureista. Epävarmuutta voisi pienentää mittaamalla useita kertoja hitaasti lämmittäen ja jäädyttäen pienellä alueella ja määrittämällä näille keskiarvo. Mittausten aikana havaittiin myös langan kokonaisresistanssin kasvavan ajan myötä varsinkin, jos lämmitinlankaa käsiteltiin. Tämä johtuu luultavimmin langan ohenemisesta siitä irtoavien palojen myötä. 3ω jännitteen kulmakertoimen määrittäminen virhe on suoran sovituksen virhettä ja sitä voidaan pienentää lisäämällä mittauspisteiden määrää taaajuusalueella. Haasteena tässä on se, että mittaussuureiden pidentyessä täytyy varmistaa systeemin lämpötilan pysyminen vakiona mittauksen ajan.

Mittausten aikana suurimmat käytännön työn haasteet liittyivät mittauskokoontamisen rakentamiseen ja luotettavan puristuksen aikaansaamiseen näytteelle käännettyssä menetelmässä. Tulevaisuudessa tehtäviin mittauksiin luotettavan puristuksen aikaansaaminen on tärkeää. Lisäksi toistettavuuden kannalta hyvä olisi näytteenpidin, johon standardikokoinen lämmitinkalvo ja näyte asemoidaan samoille paikoilleen mittauksesta toiseen.

Yleisesti 3ω menetelmän selkeitä etuja ovat sen joustavuus ja hyvä tarkkuus matalankin lämmönjohtavuuden näytteiden mittauksessa. Haittapuolia ovat analyysiin monimutkaisuus varsinkin ohutkalvon sisältävän systeemin tapauksessa. Mittauksissa on otettava huomioon langan leveyden, näytteen paksuuden ja ohutkalvon paksuuden vaikutukset käytettävään taaajuusalueeseen. Kun taaajuusalue on valittu rajoitukset mielessä pitäen, menetelmän tarkkuus on varsin hyvä verrattuna moneen muuhun menetelmään. Huomioitavaa on myös mittauksen pituus, koska yhtä mittauspistettä varten käytetään useaa taaajuusarvoa, jolloin olosuhteiden, kuten lämpötilan pitäminen vakiona on tärkeää.

Viitteet

- [1] H. Zervos, ed., *Thermoelectric Energy Harvesting 2013-2023: Devices, Applications, Opportunities*. IDTechEx, 2013.
- [2] D. Rowe, ed., *Thermoelectrics Handbook: Macro to Nano*. CRC Press, 2005.
- [3] D. Rowe, ed., *CRC Handbook of Thermoelectrics*. CRC Press, 1995.
- [4] D. Cahill *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 61, p. 802, 1990.
- [5] A. Erdélyi, ed., *Tables of Integral Transforms*. McGraw-Hill, 1954.
- [6] T. Tritt, ed., *Thermal Conductivity, Theory, Properties, and Applications*. Kluwer Academic/Plenum publishers, 2004.
- [7] D. Koninck, “Thermal conductivity measurements using the 3ω technique,” Master’s thesis, McGill University, 2008.
- [8] H. Wang and M. Sen, “Analysis of the 3-omega method for thermal conductivity measurement,” *Int. Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 52, p. 2102, 2009.
- [9] A. Jacquot, B. Lenoir, and A. Dauscher, “Numerical simulation of the 3ν method for measuring the thermal conductivity,” *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, vol. 91, no. 7, 2002.
- [10] J. Kimling, S. Martens, and K. Nielsch *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 82, p. 074903, 2011.
- [11] T. Borca, “Data reduction in 3ω method for thin film thermal conductivity measurements,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 72, no. 4, 2001.
- [12] S. M. Lee and D. Cahill *J. Appl. Phys.*, vol. 81, p. 2590, 1997.
- [13] L. Qiu, “Design and application of a freestanding sensor based on 3ω technique for thermal-conductivity measurement of solids, liquids, and nanopowders,” *Int. J. Thermophys.*, vol. 34, pp. 2261–2275, 2013.
- [14] A. de Waele, “Basic operation of cryocoolers and related thermal machines,” *J Low Temp Phys*, vol. 164, p. 176236, 2011.
- [15] Cryomech <http://www.cryomech.com/PT407.php>, *PT407 Cryorefrigerator*, 2014.
- [16] J. 100:200., *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement*. 2008.
- [17] Agilent Technologies, *Agilent 3458A Multimeter Data Sheet*, 2011.
- [18] Stanford Research Systems, *MODEL SR830 DSP Lock-In Amplifier*, 2011.

- [19] O. Hahtela, “Thermal conductivity measurement of thermoelectric materials using 3-omega method,” *julkaisematon*, 2014.
- [20] H. B. Tuttle, R.B. Stewart and A. Prodell, *Selected cryogenic data notebook*. Brookhaven National Laboratory, 1980.
- [21] X. J. Hu, “3-omega measurements of vertically oriented carbon nanotubes on silicon,” *Birck and NCN Publications*, vol. 5, 2006.