

АНАЛІТИЧНЕ ТА ЕКОЛОГІЧНЕ ПРИЛАДОБУДУВАННЯ

УДК 536.531; 551.508.5

ТЕРМОАНЕМОМЕТРИЯ НА ОСНОВЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО
КАРБИДА КРЕМНИЯ КУБИЧЕСКОЙ МОДИФИКАЦИИ¹⁾Бубулис А., ²⁾Воронов С. А., ²⁾Генкин А. М., ²⁾Братусь Т. И., ²⁾Родионов В. Н.¹⁾Национальный технический университет, Каунас, Литва; ²⁾Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт», г. Киев, Украина,E-mail: algimantas.bubulis@ktu.lt, s.voronov@kpi.ua, genkin_a@ukr.net,
v.rodionov@kpi.ua

Карбидкремниевые сенсоры занимают важный сегмент рынка приборов для экстремальных условий применения. Показано, что одним из оптимальных полупроводниковых материалов для измерения температуры и скорости потока является поликристаллический SiC кубической модификации, легированный в процессе низкотемпературного роста акцепторной примесью бора 3CSiC(B).

Целью работы было разработка термоанемометра на основе 3CSiC(B) и изучение его характеристик. Датчики скорости и температуры анемометра изготовлены из одного блока в виде пластинок площадью 1×1 мм² и толщиной 200 – 300 мкм. Определены градуировочные характеристики датчика сопротивления до 700K и анемометра в диапазоне температур (290 – 410) K. Температурный коэффициент сопротивления составляет $3,5 \cdot 10^{-2} \text{град}^{-1}$ при $T = 300\text{K}$. С помощью анемометра проведено измерение полей температуры и скоростей конвективных потоков воздуха, создаваемых нагретой пластиной. Точность измерения скорости потока составляет 0,1 м/с, а температуры 0,1 °C с разрешением 2 мм.

Ключевые слова: анемометр; датчик скорости потока; датчик температуры.

Введение. Постановка проблемы

Физико-химические свойства карбида кремния (SiC) позволяют создавать твердотельные электронные приборы с уникальными техническими характеристиками [1]: высокими рабочими температурами, сверхнизкими потерями проводимости, способностью работать в химически агрессивных средах, при наличии повышенного уровня радиации, сильных магнитных полей и в других экстремальных условиях. Например, термодатчик на основе карбида кремния работал в течение 2500 часов при температуре 1050°C и в течение 5000 часов при 700°C с термоциклами в системе выхлопа автомобиля без изменений его градуировочной характеристики [2].

Важное место среди полупроводниковых приборов на основе SiC занимают сенсорные устройства измерения температуры, давления, скорости потока газа или жидкости. На базе SiC предложено множество сенсоров, отличающихся выбором политипа материала, полупроводниковой структурой чувствительного слоя, материалом подложки и технологией создания [2-8].

В патенте NASA [6] приведена детальная конструкция анемометра для измерения температуры, давления и скорости потока газа турбодвигателей при рабочей температуре 600°C. Пленки термоэлементов получены химическим осаждени-

ем паров (CVD) карбида кремния на подложки SiC. Однако, информации о модификации материала SiC (известно 170 политипов карбида кремния), его легирующих примесей, определяющих основные технические характеристики прибора не приводятся, что не позволяет судить о его возможностях.

Авторами работы [7] на основе эпитаксиальных слоев n- и p- типа SiC, а также изолирующих слоев созданы полупроводниковые структуры на подложках Si, служащие сенсорами температуры, давления и скорости потока газа. При этом указанный анемометр измерял скорость потока газа от 0,1 до 10 м/с при температуре выше 700K. В технологическом процессе создания прибора использовались операции нанесения многослойных структур, химического травления, литографии и другие, что существенно влияет на коммерческий аспект данного проекта.

В работе [8] исследованы характеристики термоэлементов на базе поликристаллического материала 3CSiC n-типа проводимости, при рабочей температуре до 450°C. Эффективность таких терморезисторов, однако, невысока, поскольку энергия активации донорных примесей в n-типе SiC мала и не позволяет получить большие значения температурного коэффициента сопротивления материала.

Целью работы является изучение характеристик высокотемпературного термоанемометра на основе коммерчески перспективного материала: поликристаллического кубического карбида кремния (3CSiC), легированного в процессе роста акцепторной примесью бора.

Технология получения материала и конструкция анемометра

Поликристаллический карбид кремния кубической модификации был получен методом термического разложения метилтрихлорсилана (CH_3SiCl_3) в атмосфере водорода и осаждался на графитовую нагреваемую электрическим током подложку. Для получения необходимых значений удельного сопротивления и энергии активации температурной зависимости проводимости материала проводилось его легирование в процессе роста акцепторной примесью бора, который вводился в реактор в виде паров трибромид бора [3,4]. Такая технология позволяет изготавливать однородные пластинки большой площади (до $10 \times 10 \text{ мм}^2$, что значительно больше, чем размеры монокристаллов 3CSiC, состоящих из пирамид роста с различными физико-техническими свойствами (3-5 мм) [11]. Более низкие температуры выращивания этого материала 1400°C , что на $(600 - 800)^\circ\text{C}$ меньше по сравнению с монокристаллами позволяют резко снизить стоимость этого материала и расширить возможности его применения.

Анализ приведенных выше данных показывает, что для создания термоэлементов с оптимальными технико-экономическими показателями можно использовать поликристаллический карбид кремния кубической модификации 3CSiC, легированный бором.

Конструктивно пара датчиков (скорости и температуры) изготавливают из одного поликристаллического блока в виде пластинок площадью $1 \times 1 \text{ мм}^2$ и толщиной 200 – 300 мкм. Они близки по сопротивлению с точностью до 1%. В принципе размеры датчиков могут быть уменьшены в зависимости от особенностей применения приборов. На пластинки нанесены контактные площадки и приварены выводы, позволяющие работать до температур 1000К, что показано в работе [12]. Для измерений отбирались образцы термоэлементов с линейной вольт-амперной характеристикой.

Результаты измерения характеристик датчиков

Зависимость сопротивления от температуры изготовленных резисторов, рис. 1, имеет отрицательный температурный коэффициент, эта кривая может быть аппроксимирована экспонентой: $R = R_0 \exp(-B/T)$ с постоянной для некоторого интервала температур $B = 2800 - 3000$. Относительное изменение сопротивления на один градус у

них (температурный коэффициент сопротивления, ТКС) равен $3,5 \cdot 10^{-2} \text{ град}^{-1}$ при $T = 300\text{K}$. Это примерно на порядок выше, чем у термопар, а также металлов, из которых изготавливают нити анемометров [13]. Это означает, что изготовленные из этого материала термодатчики, а также термоанемометры имеют на порядок большую чувствительность.

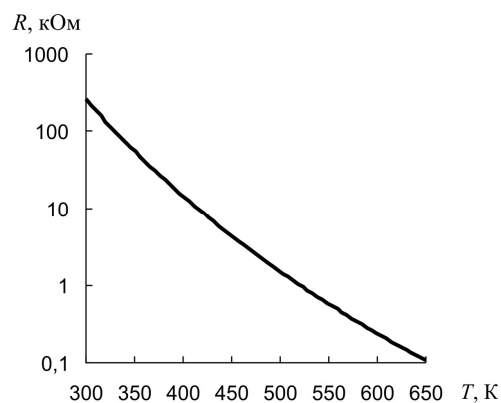


Рис. 1. Температурная зависимость сопротивления поликристаллического карбида кремния

На рис. 2, а показана конструкция термоанемометра, состоящая из идентичных по размерам и сопротивлениям датчиков скорости (1) и температуры (2), выводы которых протянуты и закреплены в каналах керамической трубки (3) диаметром 7 мм. Различие между ними заключается в том, что датчик скорости находится в проходящем потоке газа или жидкости, а датчик температуры отделен от него перегородкой.

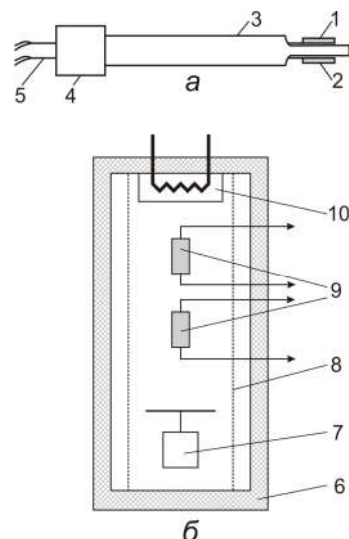


Рис. 2. а) Конструкция термоанемометра: 1 - датчик скорости, 2 - датчик температуры, 3 - трубка керамическая, 4 - крышка, 5 - выводы датчиков

б) Установка для измерения характеристик анемометра: 6 - холодильник, 7 - вентилятор, 8 - экран, 9 - термисторы, 10 - нагреватель

Датчики расположены в боковых выборках керамической трубки, а средняя часть ее служит экраном между ними, целью которого является исключение теплопередачи между датчиком температуры и датчиком скорости. С противоположной стороны трубка закрыта крышкой, через которую проходят выводы.

Для градуировки термоанемометра была создана установка, функциональная схема которой показана на рис. 2, б. Датчики помещались в цилиндрическую камеру, которая может откачиваться и наполняться газами с разной теплопроводностью, что позволяет реализовывать различную теплоотдачу датчиков при заданной скорости. В камере расположен нагреватель в виде нихромовых спиралей, находящихся в графитовом футляре. Он позволяет создавать в камере температуру до 150°C.

В качестве холодильника служит корпус камеры, омываемый проточной водой, которая уносит энергию диссипации экспериментальной установки. Для уменьшения погрешности измерения, связанной с теплообменом путем излучения [14] использован экран (7), рис. 2, б.

Вентилятор с регулируемым числом оборотов служит для обеспечения заданных значений скорости потока газа, а также для выравнивания температуры в камере перед каждым измерением. На пути потока перпендикулярно ему устанавливается термоанемометр, предварительная градуировка которого для одной постоянной температуры $T=291\text{K}$ была проведена в аэродинамической трубе с помощью чашечного анемометра. В результате этого была получена зависимость, показанная на рис. 3.

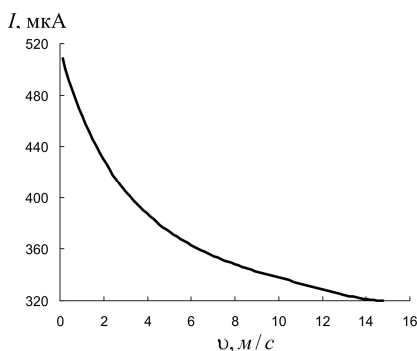


Рис. 3. Градуировочная кривая анемометра при $T=291\text{K}$

Для измерений в средах с изменяющейся температурой необходимо провести коррекцию выходного сигнала анемометра по термосопротивлению. Общая методика коррекции заключается в измерении градуировочной зависимости для одной температуры и последующем расчете для других температур с помощью теоретических или эмпирических данных об изменении процесса теплопередачи в зависимости от температуры. Однако,

наиболее надежным методом получения градуировочных кривых является экспериментальное исследование в условиях, близких к тем, в которых будут работать приборы. Это особенно актуально для малых скоростей, поскольку здесь принципиально изменяются условия теплоотдачи: переход от вынужденной конвекции к естественной при близких к нулю скоростях потока и где снижается достоверность методов экстраполяции, обычно используемых для проволочных термоанемометров.

При измерении зависимости выходного сигнала термоанемометра от скорости потока воздуха при постоянном значении температуры как параметра должны быть предъявлены жесткие требования к ее стабилизации из-за сильной температурной зависимости сопротивления датчиков. Например, уход температуры на 1°C приведет к погрешности 4% в определении скорости.

На рис. 4 показаны две кривые зависимости тока датчика скорости от температуры. Верхняя кривая снята при нулевой скорости потока воздуха, т.е., естественной конвекции, а нижняя отвечает состоянию насыщения, когда интенсивность отвода тепла от анемометра определяется уже не коэффициентом теплоотдачи прибора, а скоростью подвода тепла изнутри материала к поверхности, т.е. коэффициентом теплопроводности материала. Очевидно, для измерения больших скоростей необходимо увеличивать площадь датчика каким-либо из способов.

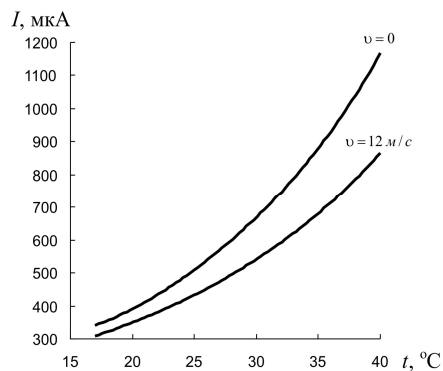


Рис. 4. Зависимость тока датчика скорости от температуры для естественной конвекции (для $v=0$ и $v=12\text{ м/с}$).

Как следует из рис. 5, температурная зависимость тока датчика имеет, приблизительно, экспоненциальный характер в не очень широком интервале температур, что весьма удобно при построении градуировочной характеристики приборов. Точность аппроксимации можно повысить выбором более узкого температурного интервала измерения.

На рис. 6 показаны градуировочные кривые зависимости сигнала термоанемометра от скорости потока воздуха, измеренные при различных

температурах в діапазоні 100 - 120°C с інтервалом 5°C при напругі на датчику 15В.

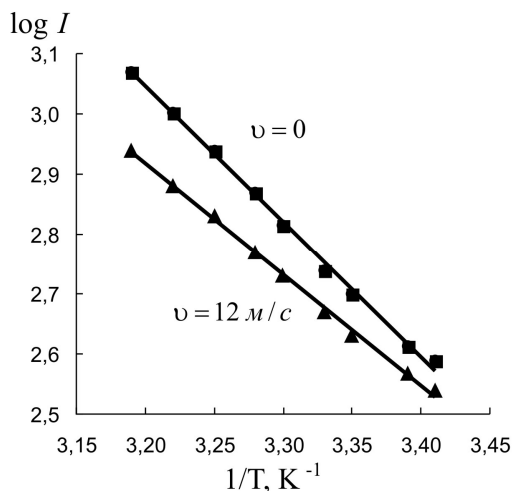


Рис. 5. Залежність тока датчика скорости от температуры в координатах $\log I$ от $1/T$

Подобные температурные семейства кривых построены для других диапазонов температур от 120 до 20°C с интервалом 1°C и соответствующих оптимальных значений напряжений на датчике и введены в память измерительного прибора. Крутизна каждой кривой, а, следовательно, чувствительность и погрешность в определении скорости потока возрастают с ростом напряжения на датчике, особенно в области малых значений скорости.

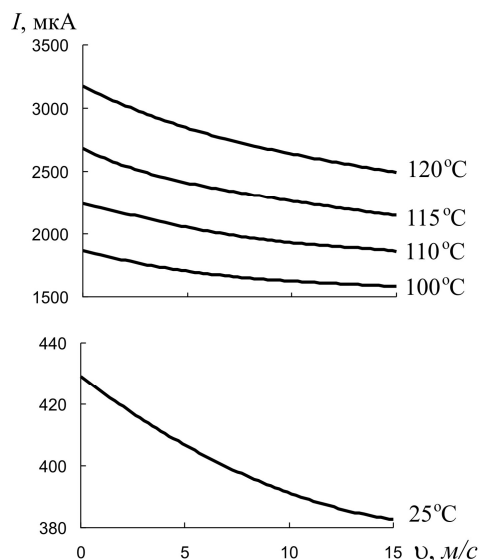


Рис. 6. Семейство градуировочных кривых тока датчика скорости для разных температур при напряжении датчика 15В

С помощью анемометра на основе поликристаллического карбида кремния кубической модификации проведено исследование полей температур и скоростей конвективных потоков воздуха, создаваемых нагретой пластиной. Результаты по-

казывают, что точность измерения в режиме автоматической обработки данных составляет для скорости потока 0,1 м/с, а температуры 0,1°C с пространственным разрешением 2 мм.

Заключение

1. Температурная зависимость сопротивления образцов поликристаллического карбида кремния политипа 3С, легированного акцепторной примесью бора, позволяет создавать на его основе высокотемпературные (измерено до 700К) терморезисторы с температурным коэффициентом сопротивления $3,5 \cdot 10^{-2} \text{ град}^{-1}$ при $T=300\text{К}$. Получены градуировочные характеристики терморезисторов на основе 3СSiC.

2. На базе термоэлементов из материала 3СSiC предложены также датчики потока газа или жидкости – термоанемометры. Измерены градуировочные характеристики анемометра для скоростей потока воздуха в диапазоне (0,1 – 15) м/с с погрешностью 0,1 м/с.

3. Учитывая способность материала 3СSiC работать в экстремальных условиях эксплуатации: высоких температурах, высоких уровнях радиации, агрессивных средах, высокой ударной и вибропрочности и др., а также невысокую относительно других политипов стоимость технологии его получения и производства приборов на его основе, можно считать поликристаллический 3СSiC оптимальным материалом для создания сенсоров температуры, давления и скорости потока газов и жидкостей.

4. Приборы на основе поликристаллического 3СSiC найдут широкое применение во многих отраслях:

- для измерения температуры и скорости потоков газов турбодвигателях;
- в качестве тепловых реле для пожарной сигнализации и для защиты от перегрузок электродвигателей;
- как компенсаторы температуры в электронных схемах, с которыми полупроводниковые сенсоры легко сочетаются;
- для контроля режима работы ядерных объектов;
- для исследования живых организмов благодаря возможности полной стерилизации SiC сенсоров и многих других применений.

Литература

1. Водаков Ю. А. Карбид кремния – материал для твердотельной электроники. / Ю. Водаков, А. Остроумов // Измерения, контроль, автоматизация. – 1987. – №2 (62). – С. 53 – 60.
2. Campbell R. Silicon Carbide Junction Thermistor. / Ed. Marshall, I. Faust, C. Ryan. – 1973, Univ. of South Carolina Press, P. 611-617.

3. Виолина Г. Н. Карбид кремния в терморезисторах и фоторезисторах / Г. Виолина, Г. Холуянов // Вопросы радиоэлектроники, сер. Детали и компоненты радиоаппаратуры. – 1965. – №4. – с. 98.
4. Комов А. Н. Полупроводниковый высокотемпературный преобразователь / А. Н. Комов, В. Ю. Кочетков, В. И. Чепурнов, Х. Х. Девликанов // Приборы и системы управления. – 1985. – № 1. – С. 30.
5. Tairov Y. M. Grup IV Materials (Mainly SiC) / Y.M. Tairov, Y.A. Vodakov // Topics in Appl. Phys. / Ed. By Pankov J. – Berlin – Heidelberg – N.Y. - 1977, V.17. – P. 31 – 61.
6. Robert S., Gustave C. Silicon carbide high temperature anemometer and mehtod for assembling the same // Patent USA No.6,647,809 Bl. Nov. 18, 2003.
7. Ballandovich V. S. Realization of silicon carbide sensors for measurements on gaseous working fluids // V. S Ballandovich, S. V. Bogachev, V. A. П'ун, A. V. Korlyakov, B. S. Kostromin, V. V. Luchinin, A. A. Petrov / Materials Science and Engineering. – 1997. – B46. – P. 383 – 386.
8. Man I Lei. Silicon carbide high temperature termoelektric flow sensor. Department of materials science and engineering: D. Ph. – Case western reserve university. – Cleveland, Ohio. – January, 2011. – 134 p.
9. Ivanova L. M. Termoelektrical properties of vapor grown polycrystalline cubic SiC / L. M Ivanova, P. A. Aleksandrov, K. D Demakov // Inorg. Mater. – 2006. – Vol. 42, №11. – P. 1205 – 1209.
10. Родионов В. Н. Влияние примеси бора на фотоэлектрические свойства поликристаллического карбида кремния кубической модификации / В. Н. Родионов, Л. М. Иванова, А. А. Плетюшкин // Легированные полупроводниковые материалы: М.:Изд. «Наука», 1985.– С. 25 – 27.
11. Родионов В. Н. Влияние примеси азота на процессы излучательной и безизлучательной рекомбинации в кубическом карбиде кремния. / В. Н. Родионов, В. Я. Братусь // УФЖ. –2001.– Т.46, №9, С. 979 – 984.
12. Родионов В. Н. Температурная зависимость экситонной люминесценции в кубическом карбиде кремния / В. Н. Родионов // Труды Одесского политехнического университета. – 2001, Вып.2 (14). – С. 151 – 155.
13. Савостенко П. И. Термоанемометрический комплекс для измерения температуры и скорости в турбулентных газовых потоках. ТАИК - 3М. / П. И. Савостенко, С. Р. Сербина // ПТЭ. – 1989. – №6. – С. 1185 – 1186.
14. Ярышев Н. А. Теоретические основы измерения нестационарной температуры / Н. А. Ярышев. – Ленинград: Энергоатомиздат, 1990. –256 с.

УДК 536.531; 551.508.5

¹А. Бубуліс, ²С. О. Воронов, ²О. М. Генкин, ²Т. І. Братусь, ²В. М. Родіонов

¹Національний технічний університет, г. Каунас, Литва; ²Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», г. Київ, Україна

ТЕРМОАНЕМОМЕТРІЯ НА ОСНОВІ ПОЛІКРИСТАЛІЧНОГО КАРБІДУ КРЕМНІЮ КУБІЧНОЇ МОДИФІКАЦІЇ

Карбідкремнієві сенсори займають важливий сегмент ринку приладів для екстремальних умов застосування. Показано, що одним з оптимальних напівпровідникових матеріалів для виміру температури і швидкості потоку є полікристалічний карбід кремнію кубічної модифікації, легований в процесі низькотемпературного зростання акцепторною домішкою бору 3CSiC (B).

Метою роботи було розробка термоанемометра на основі 3CSiC(B) і вивчення його характеристик. Сенсори швидкості і температури анемометра виготовлені з одного блоку у вигляді пластинок площею 1×1 мм² і товщиною 200 – 300 мкм. Визначені градувальні характеристики датчика опору до 700К і анемометра в діапазоні температур (290 – 410) К. Температурний коефіцієнт опору складає 3,5·10²град⁻¹ при T=300К. За допомогою анемометра проведений вимір полів температур і швидкостей конвективних потоків повітря, що створюються нагрітою пластиною. Точність виміру швидкості потоку складає 0,1м/с, а температури 0,1°С з просторовим розрізненням 2 мм.

Ключові слова: анемометр; сенсор швидкості потоку; сенсор температури.

¹A. Bubulis, ²S. A. Voronov, ²A. M. Genkin, ²T. I. Bratus', ²V. N. Rodionov

¹National Technical University, Kaunas, Lithuania; ²National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Kyiv, Ukraine

THERMOANEMOMETRY BASED ON POLYCRYSTALLINE SILICON CARBIDE CUBIC MODIFICATION

Silicon carbide sensors occupy an important segment of the market of devices for extreme conditions usage. It has been shown that one of the semiconductor materials for optimum temperature and flow rate of a SiC polycrystalline cubic modification doped in process low temperature of growth 3CSiC by acceptor impurity boron (B).

The goal was to develop thermoanemometer based on 3CSiC (B) and to study its characteristics. Velocity and temperature sensors of the anemometer were made of one block in the form of plates: area $1 \times 1 \text{ mm}^2$ and a thickness of 200 - 300 microns. Calibration characteristics of the sensor resistance up to 700K and the anemometer in the temperature range (290 - 410) K were determined. Temperature coefficient of resistance was $3,5 \times 10^{-2} \text{ grad}^{-1}$ at $T = 300\text{K}$. Temperature and velocity fields of convective air currents generated by the heated plate were measured by this anemometer. Measuring accuracy was: for flow rate 0.1 m/s, and for temperature $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ with step 2 mm.

Keywords: anemometer; flow sensor; temperature sensor.

*Надійшла до редакції
21 травня 2016 року*

*Рецензовано
10 червня 2016 року*

© Бубулис А., Воронов С. А., Генкин А. М., Братусь Т. И., Родионов В. Н., 2016

UDK 621.6

ODORIZERS OF THE NEW GENERATION

Krotevich V. V.

*National Technical University of Ukraine „Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute”,
Kyiv, Ukraine*

E-mail: vitaly.krotevich@yahoo.com

The article is focused on creation of modern odorizers that ensure timely detection of natural gas flows without the use of special equipments for the smell in order to adopt urgent measures to prevent emergency and hazardous situations and measures of human health.

Due to analysis of requirements for natural gas odorization and odorizers conditions to ensure the efficiency of the process of gas treatment aimed at identifying its flows and prevention of explosive environment the methods and principles of odorizers are defined. Taking into consideration the shortcomings of dripping and evaporator (wick) installations new technical solution of non-filter odorizer is proposed that operates effectively in a wide range of ambient temperature while using the odorant with different level of purity.

Keywords: *natural gas, flows identification, odorization, odorizers.*

Introduction. Setting of a problem

Most frequently as a fuel for industry and for household needs hydrocarbon gases are used that have no smell. This makes it difficult to detect leakages in gas technology pipe-lines, devices and equipments and the presence of gas in the private and working premises until the explosive or harmful concentrations. Technically it is possible to detect leakage of gas from the closed system by special sensitive devices.

For well-timed adoption of emergency measures in order to prevent accident-prone situations in case of leakage, natural gas must be identified without use of special equipment by smell at concentrations in the environment not exceeding 20% of the lower explosive limit and 0.3 ... 0.5% for different brandes of low density fuel gas. Necessary condition for safety of fuel gas is smell appearance in the case of its leakage into the room.

For well-timed identification of gas leakage it (gas) must be odorized by introduction of the substance with strongly-pronounced specific odor. The quantitative content of odorant in natural gas which supplied to consumers is standardized depending on the chemical composition of odorized mixture. For example, according to GOST 22387.5-77 "Gas for communal consumption. Methods for determining of odor intensity of odorant for ethyl mercaptan- rate of introduction is $16 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$ for 10^3 m^3 of gas at standard conditions. Therefore, odorization process should provide such content of odorant in gas in order one person with normal olfactory function could detect the smell of gas upon condition that volume concentration of gas in air equal to 1% [1, 2].

In the case of exceeding of permissible level of odorization ("overdose") of natural gas there is danger to human health as a result of poisoning by hydrogen sulfide even in the case of absence of gas leakage[3-