



UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH

ZÁKLADY EXPERIMENTÁLNYCH METÓD vo fyzike kondenzovaných látok

Martin ORENDÁČ



VYSOKOŠKOLSKÁ UČEBNICA
PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA

ÚSTAV FYZIKÁLNYCH VIED, KATEDRA FYZIKY KONDENZOVANÝCH LÁTOK

KOŠICE 2011

UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH
Prírodovedecká fakulta
ÚSTAV FYZIKÁLNYCH VIED
KATEDRA FYZIKY KONDENZOVANÝCH LÁTOK



Martin ORENDÁČ

Základy experimentálnych metód vo fyzike
kondenzovaných látok

Vysokoškolská učebnica

ZÁKLADY EXPERIMENTÁLNÝCH METÓD VO FYZIKE KONDENZOVANÝCH LÁTOK

Vysokoškolská učebnica

KATEDRA FYZIKY KONDENZOVANÝCH LÁTOK

ÚSTAV FYZIKÁLNYCH VIED

PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA

UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH

© **2011 Martin Orendáč**

Recenzenti: RNDr. Natália Tomašovičová, CSc.

doc. RNDr. Ladislav Novák, CSc.

Všetky práva vyhradené. Toto dielo ani žiadnu jeho časť nemožno reprodukovať, ukladať do informačných systémov alebo inak rozširovať bez súhlasu majiteľov práv.

Za odbornú a jazykovú stránku tejto publikácie zodpovedá autor. Rukopis neprešiel redakčnou ani jazykovou úpravou.

ISBN 978-80-7097-871-9

Obsah

Úvod	5
------------	---

Vytváranie experimentálnych podmienok

1. Získavanie, meranie a regulácia nízkych a vysokých teplôt.....7

1.1 Termodynamická absolútna stupnica ITS90.....	7
1.2 Metódy získavania nízkych a vysokých teplôt.....	9
1.3 Získavanie veľmi nízkych teplôt.....	14
1.4 Získavanie veľmi vysokých teplôt.....	18
1.5 Meranie teploty.....	21
1.6 Regulácia teploty.....	34

2. Získavanie a meranie nízkych tlakov.....41

2.1 Čerpanie plynu z uzavretého priestoru.....	41
2.2 Meranie nízkych tlakov.....	49
2.3 Meranie prietoku plynu.....	59
2.4 Vytváranie nízkych tlakov.....	62
2.5 Netesnosti vo vákuových systémoch.....	73

3. Zdroje magnetického poľa.....79

4. Základy mikrovlnnej techniky.....92

4.1 Vlastnosti elektromagnetického poľa vo vlnovode a dutinovom rezonátore.....	92
4.2 Prvky mikrovlnných zostáv.....	99
4.3. Meranie niektorých charakteristických parametrov v mikrovlnných zostavách.....	105

Metódy merania vybraných vlastností dielektrických, magnetických a polovodičových látok.

5. Meranie dielektrických vlastností látok.....	110
5.1. Základné charakteristiky dielektrík.....	110
5.2 Kondenzátor čiastočne vyplnený dielektrikom.....	113
5.3. Rozptylová kapacita kondenzátora.....	115
5.4 Merné kondenzátory.....	117
5.5 Štúdium dielektrických vlastností pri rôznych frekvenciách.....	119
5.6 Analýza frekvenčnej závislosti permitivity.....	129
6. Meranie tepelných vlastností – tepelná kapacita a tepelná vodivosť magnetických látok	133
6.1 Príspevky k tepelnej kapacite.....	133
6.2 Metódy merania tepelnej kapacity.....	138
6.3 Kalorimetrické určovanie koeficientu absorpcie optických prvkov	152
6.4 Meranie tepelnej vodivosti.....	154
7. Štúdium materiálových charakteristík polovodičov.....	161
7.1 Fyzikálne vlastnosti polovodičových materiálov.....	161
7.2 Koncentrácia nosičov prúdu v polovodičoch.....	165
7.3 Vedenie prúdu v polovodičoch.....	169
7.4 Hallov jav v polovodičoch.....	172
7.5 Rozptylové mechanizmy.....	175
7.6. Meranie základných parametrov polovodičov.....	177
7.7 Termoelektrické javy v polovodičoch.....	185
Použitá literatúra.....	192

Úvod

Učebnica má slúžiť na prípravu študentov, ktorí sa budú venovať experimentálnemu štúdiu vlastností kondenzovaných látok. Ukazuje sa, že súčasný experimentálny fyzik musí mať nielen dostatočne podrobné vedomosti o fyzikálnych procesoch odohrávajúcich sa v objekte, ktorý je predmetom jeho štúdia, ale aj o spôsoboch vytvorenia experimentálnych podmienok, v akých sa experiment uskutočňuje. Aktívna znalosť spôsobu činnosti celej experimentálnej zostavy môže mať zásadný význam pri implementácii resp. potenciálnej úprave používanej meracej metodiky. Prvá časť učebnice je preto venovaná otázkam súvisiacimi s vytvorením experimentálnych podmienok. Pozornosť je venovaná veličinám ktoré, aspoň podľa znalostí autora, patria medzi najčastejšie parametre používané pri experimentálnom štúdiu kondenzovaných látok: teplota, tlak a magnetické pole. S uvážením faktu, že sa v experimentálnej praxi pozornosť venuje aj frekvenčným závislostiam vybraných veličín, pričom hodnoty frekvencie zasahujú aj oblasť veľmi vysokých frekvencií, je do prvej časti zaradená aj kapitola venovaná mikrovlnnej technike. V druhej časti sú diskutované vybrané experimentálne metódy. Vzhľadom k rozmanitosti experimentálnych techník, ktoré sa v súčasnosti využívajú, nie je v možnostiach jednej publikácie podať ich úplný prehľad. Predkladaná učebnica sa sústreďuje na metódy experimentálneho štúdia predovšetkým tepelných, transportných a relaxačných vlastností rôznych typov pevných látok akými sú dielektrické materiály, magnetické látky a polovodiče. Obsah druhej časti je prispôsobený skladbe prednášok v rámci programu „Fyzika kondenzovaných látok“ z Prírodovedeckej fakulty Univerzity P. J. Šafárika v Košiciach. Keďže v rámci uvedeného programu sa venuje najviac pozornosti magnetickým vlastnostiam, sú tieto zmienené len veľmi stručne. Na druhej strane, v prípade dielektrických materiálov a polovodičov sú na začiatku každej kapitoly priblížené fyzikálne charakteristiky týchto systémov a až následne sú uvedené experimentálne techniky pre určenie ich základných parametrov.

Okrem študentov magisterského a doktorandského štúdia fyziky kondenzovaných látok by učebnica mohla byť vhodná pre študentov príbuzných prírodovedných a technických odborov ako aj pre pracovníkov výskumných ústavov, ktorí hľadajú základné informácie o experimentálnych metódach z oblasti, ktorá nie je priamo predmetom ich odbornej špecializácie.

Je milou povinnosťou autora poďakovať obom recenzentom, RNDr. Natálii Tomašovičovej, PhD. a doc. RNDr. Ladislavovi Novákovi, CSc. za starostlivé prečítanie textu a pripomienky, ktoré

ho pomohli zlepšiť, ako aj kolektívu vydavateľstva UPJŠ, za konečné úpravy textu učebnice.

V Košiciach 19. 9. 2010

doc. Ing. Martin Orendáč, CSc.

1. Získavanie, meranie a regulácia nízkych a vysokých teplôt

Určenie teplotnej závislosti skúmanej veličiny patrí medzi najčastejšie úlohy pri experimentálnom štúdiu vlastností kondenzovaných látok. Teplotný rozsah v ktorom rôzne experimenty prebiehajú je veľmi široký, pokrýva oblasť od teplôt rádovo mikrokelviny až po teploty tisícky Kelvinov. Korektné experimentálne štúdium vyžaduje predovšetkým vytvorenie požadovanej teploty, dostatočne presné zmeranie hodnoty teploty a udržanie požadovaných hodnôt, alebo teplotných profilov počas merania. Priradenou požiadavkou experimentátora je, aby zariadenia vytvárajúce požadované teploty rušivo nezasahovali do samotného merania skúmanej veličiny. V tejto časti pojednáme o vybraných metódach získavania, merania a regulácie teploty.

1.1 Termodynamická absolútna stupnica ITS90

Pri meraní teploty obvykle postupujeme tak, že objekt vybraný ako teplomer privedieme do tepelného kontaktu s objektom, ktorého teplotu chceme určiť. Keď zistíme, že fyzikálna veličina zvolená pre meranie teploty sa na teplomere prestala meniť, teplomer a skúmaný objekt sú v rovnovážnom stave a môžeme odčítať hodnotu zvolenej fyzikálnej veličiny a na základe znalosti vzťahu medzi meranou veličinou a teplotou určiť hodnotu teploty skúmaného objektu podľa zvolenej teplotnej stupnice. Načrtnutý postup je však možné použiť aj obrátene, pomocou dostatočne presného merania zvolenej fyzikálnej veličiny je možné teplotnú stupnicu zdefinovať. Pre spoľahlivú definíciu teplotnej stupnice je nutné vybrať veličiny charakterizujúce stav čistej látky, ktorý je možné ľahko vytvoriť a tak spoľahlivo určiť teplotné body príslušnej stupnice, ďalej je potrebné zaviesť vhodnú škálu. Pri zavedení tzv. absolútnej teplotnej stupnice sa vychádza z účinnosti ideálneho tepelného stroja, ktorá závisí iba na teplotách T_1 a T_2 dvojice rezervoárov a nie je ovplyvnená voľbou pracovnej látky. Pri Carnotovom vratnom termodynamickom cykle tepelný stroj odoberá teplejšiemu rezervoáru s teplotou T_2 teplo Q_2 , časť tepla spotrebuje na mechanickú prácu A a zvyšnú časť tepla Q_1 odovzdá chladnejšiemu rezervoáru s teplotou T_1 . Pre účinnosť tohto procesu platí

$$\eta = \frac{A}{Q_2} = \frac{Q_2 - Q_1}{Q_2} = 1 - \frac{Q_1}{Q_2}. \quad (1.1)$$

Podľa definície pomeru teplôt zavedenej Kelvinom je pomer teplôt T_1 a T_2 rovný pomeru odovzdaného tepla Q_1 a prijatého tepla Q_2 tepelným strojom pracujúcim v Carnotovom cykle práve medzi teplotami T_1 a T_2 , takže je možné uviesť

$$\frac{T_1}{T_2} = \frac{Q_1}{Q_2}. \quad (1.2)$$

Zo vzťahu (1.2) vyplýva, že ochladenie látky z teploty 300 K na 1 K predstavuje porovnateľnú zmenu teploty ako ochladenie látky z teploty 0.3 K na 1 mK. Pri zavedení tzv. *absolútnej termodynamickkej stupnice* zvolíme za teplotu T_2 teplotu topenia ľadu, takže pre určenie T_1 dostávame $T_1 = 273.15Q_1/Q_2$. Keďže pre T_1 záporné a T_2 kladné by účinnosť tepelného stroja pracujúceho v Carnotovom cykle mohla byť väčšia ako 1, čo je v rozpore s druhým zákonom termodynamiky, je zrejmé, že nie je možné dosiahnuť teplotu absolútnej nuly.

Praktická realizácia absolútnej termodynamickkej stupnice je veľmi náročná, preto bola Medzinárodnou organizáciou pre miery a váhy definovaná tzv. *praktická teplotná stupnica*, ktorej posledná verzia bola prijatá v roku 1990 a platí dodnes [1]. Praktická teplotná stupnica je založená na skupine stabilných teplotných bodov s presne definovanými teplotami. Základnými teplotnými bodmi sú trojné body vody a ďalších prvkov ako aj teploty tuhnutia a topenia pre celkovo 13 látok. Uvedená praktická stupnica vskutku rozlišuje medzi teplotami tuhnutia a topenia, v stupnici je zahrnutá teplota topenia gália, pri ostatných kovoch sa využíva teplota tuhnutia. Navyše, pre teploty nižšie ako je teplota trojného bodu vodíka bol pre určenie teploty zavedený vzťah medzi teplotou a tlakom nasýtených pár ^3He

Rovnovážny stav	Teplota v Kelvinoch	Teplota v stupňoch Celzia
Teplotná závislosť tlaku nasýtených pár v ^3He	(0.65 , 3.2)	(-272.50 , -269.95)
Teplotná závislosť tlaku nasýtených pár v ^4He	(1.25 , 2.1768)	(-271.90, -270.9732)
Teplotná závislosť tlaku nasýtených pár v ^4He	(2.1768 , 5.0)	(-270.9732, -268.15)
Teplotná závislosť tlaku nasýtených pár v ^4He	(3, 5)	(-270.15, -268.15)

Trojný bod vodíka	13.8033	-259.3467
Trojný bod neónu	24.5561	-248.5939
Trojný bod kyslíka	54.3584	-218.7916
Trojný bod argónu	83.8058	-189.3442
Trojný bod ortuti	234.3156	-38.8344
Trojný bod vody	273.16	0.01
Bod topenia gália	302.9146	29.7646
Bod tuhnutia india	429.7485	156.5985
Bod tuhnutia cínu	505.078	231.928
Bod tuhnutia zinku	692.677	419.527
Bod tuhnutia hliníka	933.473	660.323
Bod tuhnutia striebra	1234.93	961.78
Bod tuhnutia zlata	1337.33	1064.18
Bod tuhnutia medi	1357.77	1084.62

Tab. 1.1 Teplotné body praktickej teplotnej stupnice

a ^4He . Teplotné body resp. intervaly spolu s príslušnými meranými veličinami praktickej teplotnej stupnice sú uvedené v Tab.1.1. Body varu a tuhnutia sú zadefinované za predpokladu normálneho atmosférického tlaku 101 310 Pa. V prípade kryokvapalín je situácia zložitejšia, pretože bod varu kryokvapalín výrazne narastá nielen so zvyšujúcim sa tlakom na hladine, ale aj v závislosti na hĺbke ponorenia kvôli hydrostatickému tlaku samotnej kvapaliny. Napr. pre kvapalnú kyslík pri vonkajšom atmosférickom tlaku v hĺbke 10 cm pod hladinou dochádza k nárastu teploty bodu varu o 0.105 K. Z tohto dôvodu prijatý teplotný štandard špecifikuje aj hĺbku ponorenia meracej sondy v kryokvapaline.

Pre presné merania v oblasti nízkych teplôt je možné využiť aj prechody do supravodivého stavu niektorých kovov s vysokou čistotou. Prechod do supravodivého stavu sa určuje meraním magnetickej susceptibility, pričom chyba určenia prechodu obvykle nepresiahne 2 mK. Kritické teploty prechodu do supravodivého stavu pre najčastejšie používané kovy sú uvedené v Tab. 1.2.

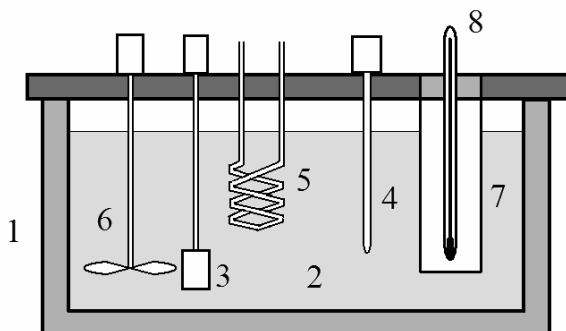
Keďže hodnota kritickej teploty supravodiča sa výrazne znižuje s narastajúcou koncentráciou nečistôt [2], je bezpodmienečné nutné používať materiály s vysokou čistotou. V súčasnosti je pre uvedené účely komerčne k dispozícii súprava dostatočne čistých supravodičov, ktoré sú dodávané National Bureau of Standards (USA).

Supravodič	Čistota [%]	Kritická teplota [K]
Pb	99.999	7.201
In	99.999	3.416
Al	99.999	1.175
Zn	99.9999	0.844
Cd	99.9999	0.515

Tab. 1.2 Kritické teploty vybraných supravodičov

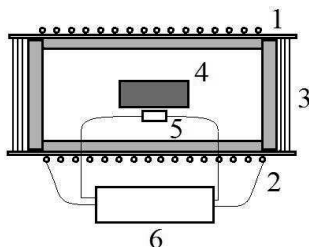
1.2 Metódy získavania nízkych a vysokých teplôt

Prvotným problémom pri štúdiu teplotných závislostí fyzikálnych vlastností tuhých látok je vyhriať, alebo vychladiť skúmanú látku na požadovanú teplotu a túto počas merania danej fyzikálnej veličiny udržať na konštantnej hodnote. Vzhľadom k značne širokému teplotnému intervalu, v ktorom sa vlastností tuhých látok skúmajú, používa sa pre získanie teplôt vyhovujúcich danému výskumnému zámeru rad metód. Technicky najjednoduchšie sú zariadenia používané k získaniu teplôt v okolí izbovej teploty, tzv. termostaty. Termostaty využívajú ako tepelný rezervoár najčastejšie vhodnú kvapalinu, výber ktorej závisí od pracovného intervalu teplôt termostatu. Samozrejme bod varu, resp. zápalná teplota zvolenej kvapaliny musí byť vyššia ako je horná hranica pracovného intervalu teplôt. Obvykle pre teplotný interval $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ sa používa metylalkohol, v intervale $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $99\text{ }^{\circ}\text{C}$ je najvhodnejšia destilovaná voda, teplotný interval $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ je možné pokryť použitím glykolu, pre teploty v rozsahu $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ je vhodné použiť ťažký olej. Schéma kvapalinového termostatu je uvedená na obr. 1.1. Zariadenie pozostáva z nádoby (1), ktorá je zhotovená z materiálu s dobrými izolačnými vlastnosťami. Nádoba je naplnená vybranou kvapalinou (2), okrem nej je v nádobe umiestnený ohrievač (3), teplomer (4) pre reguláciu teploty rezervoára ako aj trubica v tvare špirály (5) pre vonkajší rozvod temperovanej kvapaliny. Pre potlačenie teplotných gradientov v nádobe počas ohrievania kvapaliny je nutné kvapalinu miešať pomocou miešačky (6). Kvapalina obklopuje experimentálny priestor (7), v ktorom sa nachádza presný teplomer (8) umožňujúci určiť teplotu skúmaného objektu.



Obr. 1.1 Kvapalinový termostat

Iným typom termostatu je tzv. kovový termostat, v ktorom je pracovná kvapalina nahradená dutým kovovým telesom najčastejšie valcovitého tvaru, pozri obr. 1.2. Na plášti valca (1) je navinuté odporové topné teleso (2). Pre potlačenie teplotných gradientov sa



Obr. 1.2 Kovový termostat

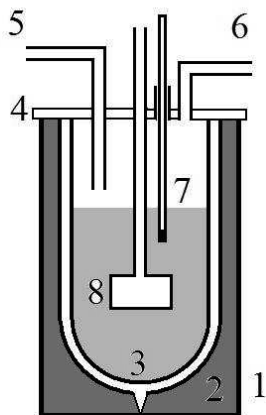
kovové teleso volí z materiálu s dobrou tepelnou vodivosťou. Teplotné gradienty možno ďalej potlačiť obložením základní niekoľkými vrstvami (3), v ktorých sa striedajú materiály s dobrou tepelnou vodivosťou a tepelných izolátorov. Rovnomernosť v priestorovom rozložení teploty sa dosahuje aj použitím vhodnej geometrie, je výhodné zvyšovať pomer medzi výškou valca a priemerom jeho základne. Vo vnútri valca je uložená vzorka (4), v blízkosti ktorej sa nachádza teplomer (5) pre reguláciu teploty. Regulátor (6) vyhrieva topné teleso tak, aby sa teplota v bezprostrednom okolí vzorky čo najviac blížila požadovanej hodnote resp. zadanému teplotnému profilu. Otázkam teplotnej regulácie sa budeme podrobnejšie venovať neskôr. Uvedený termostat je vhodný k stabilizácii teplôt vyšších ako je izbová teplota.

Pokiaľ je potrebné získať a udržať teplotu výrazne nižšiu ako je izbová teplota používame špeciálne typy termostátov tzv. kryostaty. Použitím kryostátov dokážeme pokryť širokú teplotnú oblasť od 1.5 K do 350 K. Kryostaty najčastejšie pracujú so skvapalnenými plynmi, ktoré sa v nich nechajú vrieť pri atmosférickom tlaku. V Tab. 1.3 sú

Skvapalnený plyn	Bod varu [K]
tetrachlórmetán, CCl_4	349.9
etylchlorid, $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$	285.4
ketón, $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}$	232.1
propylén, C_3H_6	226.1
acetylén, C_2H_2	189.1
kysličník dusičitý, NO_2	183.6
etylén, C_2H_4	169.4
xenón, Xe	164
kryptón, Kr	121.3
argón, Ar	87.2
dusík, N_2	77.3
neón, Ne	27.1
vodík, H_2	20.3
hélium - 4, ^4He	4.21
hélium - 3, ^3He	3.19

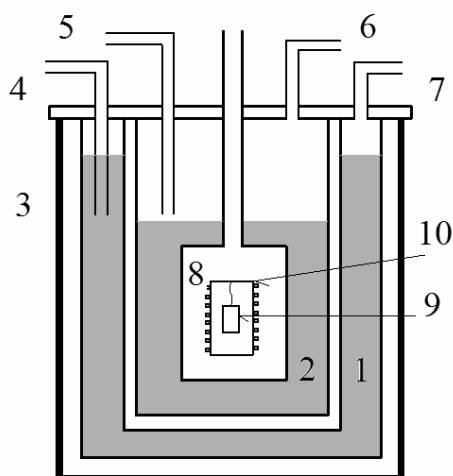
Tab. 1.3 Bod varu vybraných plynov

uvedené body varu niektorých skvapalnených plynov pri atmosférickom tlaku. Praktický návrh kryostatu [3] vychádza z usporiadania uvedeného na obr. 1. 3. Vo vonkajšej valcovej nádobe (1) je uložená tepelná izolácia, alebo je z nej odsatý vzduch (2). Do vnútorného priestoru tejto nádoby sa vkladá ďalšia nádoba, tzv. Dewarova nádoba (3) najčastejšie nerezová alebo sklenená, ktorá slúži na prechovávanie kryokvapaliny. Dewarova nádoba má dvojité stenu, priestor medzi stenami je vákuovaný, aby sa znížil príkon tepla z vonkajšieho priestoru. K zníženiu príkonu tepla prispieva aj mechanické upevnenie dna Dewarovej nádoby ku dnu vonkajšej nádoby, ktoré je realizované vo forme tenkého hrotu. Vo vrchnej časti je Dewarova nádoba spojená s vonkajšou nádobou pomocou príruby (4), ktorá uzatvára priestor medzi oboma nádobami. Cez prírubu sú do Dewarovej nádoby privedené trubice pre prísun kryokvapaliny (5) a pre jej odpar (6). Taktiež je potrebné sledovať úroveň hladiny kryokvapaliny pomocou hladinomera (7). Vzorka je umiestnená v experimentálnom priestore (8).



Obr. 1.3 Kryostat s Dewarovou nádobou

Pokiaľ je Dewarova nádoba sklenená, je uvedené usporiadanie vhodné pre použitie dusíka, argónu, alebo vodíka, menej vhodné pre hélium. Hélium, vďaka malým rozmerom svojich molekúl, po čase difunduje cez sklenené steny Dewarovej nádoby a postupne zvyšuje tlak v priestore medzi nádobami, čo následne vedie k zhoršovaniu tepelnej izolácie. Keďže hélium má veľmi malé latentné teplo ($l_{He} = 21 \text{ kJ/kg}$ pri teplote 4 K, oproti $l_{N_2} = 199.6 \text{ kJ/kg}$ pri teplote 77 K), môže aj malé zníženie kvality tepelnej izolácie viesť k výraznému zvýšeniu odparu hélia z nádoby. Z tohto dôvodu je pre hélium vhodnejšia kovová nádoba. Pre héliový kryostat je možné zvýšiť kvalitu tepelnej izolácie pomocou ďalšej nádoby, v ktorej bude kvapalný dusík. Príslušná schéma kryostatu je uvedená na obr. 1.4. Kryostat pozostáva z dvoch koncentrických nádob, kvapalný dusík je vo vonkajšej nádobe (1), zatiaľ čo kvapalné hélium je vo vnútornej nádobe (2). Navrhnuté usporiadanie znižuje rýchlosť odparovania hélia, pretože podstatná časť tepelného prítoku z okolia (3) je zachytávaná vonkajšou nádobou s kvapalným dusíkom, pričom dusík sa bude vďaka podstatne väčšiemu výparnému teplu odparovať pomalšie ako hélium. Okolie héliovej nádoby je namiesto izbovej teploty 300 K na teplote 77 K, čo má za následok zníženie tepelného príkonu do vnútornej nádoby s kvapalným héliom. Obe nádoby majú trubice pre prívod príslušnej kryokvapaliny (4,5) a pre jej odpar (6,7). Experimentálny priestor (8) je vákuovaný, vzorka (9) je umiestnená v dutom medenom valci (10) na ktorom je navinutý odporový vodič



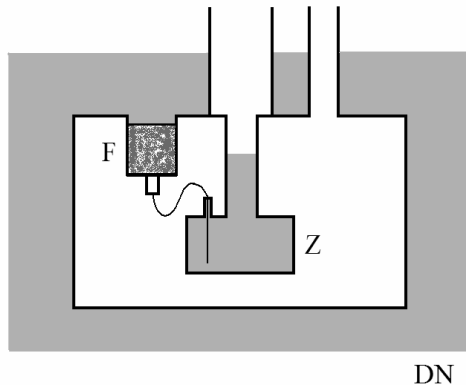
Obr. 1.4 Kryostat využívajúci kvapalné hélium

slúžiaci ako ohrievač. Vzorka je spojená so stenou valca definovaným tepelným kontaktom tzv. linkom, ktorého kvalita sa volí podľa druhu experimentu. Teplomér, pomocou ktorého určujeme teplotu vzorky môže byť nakontaktovaný priamo na vzorku, alebo na medený valec, opäť podľa typu prevádzaného experimentu. Pri prvotnom ochladzovaní z izbovej teploty postupujeme tak, že do experimentálneho priestoru napustíme suchý inertný plyn tzv. výmenný plyn (napr. ^4He , alebo ^3He), do vonkajšej nádoby zalejeme kvapalnú dusíku a do vnútornej nádoby zalievame kvapalné hélium. Pri použití ^4He ako výmenného plynu, je po dosiahnutí teploty približne 10 K vhodné odčerpať experimentálny priestor aby sme sa vyhlížili skondenzovaniu výmenného plynu na stenách medeného valca. Pri použití ^3He je možné výmenný plyn v experimentálnom priestore ponechať až do úplného zaplnenia vnútornej nádoby kvapalným héliom. Po odčerpaní výmenného plynu dôjde k výraznému zhoršeniu tepelného kontaktu s vnútornou nádobou, takže na prípadné vyhriatie valca na požadovanú východiskovú teplotu potrebujeme krátky čas (rádovo minúty) a malý ohrevný výkon (rádovo jednotky, alebo desiatky miliwattov).

1.3 Získavanie veľmi nízkych teplôt

V experimentálnej praxi je niekedy potrebné skúmať vlastnosti látky v extrémnych experimentálnych podmienkach napr. pri veľmi nízkych teplotách. Pre teploty nižšie ako 3.2 K už nevystačíme s kryokvapalinou v Dewarovej nádobe, je nutné použiť iné metódy zabezpečujúce dodatočné ochladenie experimentálneho priestoru. Medzi najjednoduchšie metódy patrí odsávanie pár ^4He .

Najjednoduchším sa javí čerpanie pár ^4He priamo z Dewarovej nádoby. Tento postup je však veľmi neekonomický, nakoľko pri zmene teploty zo 4.2 K na 1.3 K sa spotrebuje až 40 % čerpanej kvapaliny [4]. Uvedená spotreba je daná výraznou zmenou tepelnej kapacity ^4He v tejto teplotnej oblasti. Na druhej strane, tepelná kapacita tuhých látok v spomenutom teplotnom intervale je podstatne menšia, takže na ich ochladenie spotrebujeme oveľa menej ^4He . Výhodnejšie je preto čerpať ^4He z menšieho uzavretého priestoru, ktorý je oddelený od Dewarovej nádoby. Schéma kryostatu umožňujúceho nepretržité čerpanie pár ^4He je uvedená na obr. 1.5. V kryostate je kvapalné ^4He privádzané z Dewarovej nádoby do ďalšej vnútornej nádoby, tzv. 1 K vane, ktorá je tepelne oddelená od



Obr. 1.5 Schéma kryostatu pre kontinuálne odsávanie pár ^4He

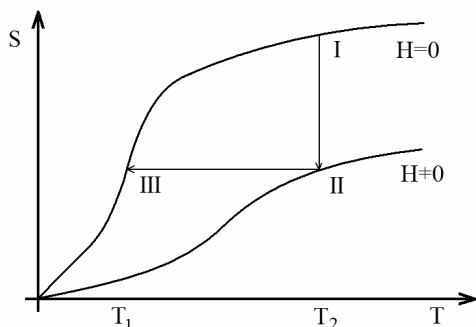
vnútornej strany Dewarovej nádoby tým, že priestor okolo 1 K vane je vákuovaný. Z Dewarovej nádoby (DN) sa ^4He dostane do 1 K vane (Z) cez vstupný filter (F) a impedanciu. Vstupný filter chráni kapiláru pred zapchaním možnými nečistotami napr. zamrznutým vzduchom. Impedancia je nastavená tak, aby do 1 K vane preniklo primerané množstvo ^4He . Pre veľkosť impedancie je možné použiť vzťah [5]

$$Z = \frac{\Delta P}{\dot{V}\eta}, \quad (1.3)$$

kde ΔP je zmena tlaku vyvolávajúca prúdenie ^4He do 1 K vane ($\Delta P \approx 10^4$ Pa), \dot{V} predstavuje objem kvapaliny, ktorá pretečie do 1 K vane za 1 s, zatiaľ čo η predstavuje viskozitu. Obvykle sa hodnota impedancie pohybuje rádovo 10^{11} cm⁻³. Pokiaľ bude impedancia príliš veľká, bude do 1 K vane pritekať malé množstvo ^4He a 1 K vaňa sa časom vyprázdni. Príliš malá hodnota impedancie spôsobí preplnenie 1 K vane, čo vďaka menšiemu priemeru čerpacieho potrubia ako je priemer 1 K vane spôsobí zníženie účinnosti čerpania pár ^4He

a následne zvýšenie teploty 1 K vane. V rovnovážnom stave sa hladina ^4He v 1 K vani ustáli na takej úrovni, kedy tepelný príkon z Dewarovej nádoby a z experimentu vyrovná chladiaci výkon vane. S úrovňou hladiny je spojená aj hodnota teploty 1 K vane, v bežných experimentálnych zostavách sa obvykle v 1 K vani dosahuje teplota 1.2 – 1.5 K, odtiaľ pochádza aj uvádzaný zaužívaný názov pre vnútornú nádobu.

Ďalší možný spôsob ochladenia je založený na adiabatickej demagnetizácii paramagnetických solí [6]. Uvedená metóda umožňuje dosiahnuť teploty rádovo 10 mK, jej nevýhodou je, že ochladenie je jednorázové, pričom po dosiahnutí najnižšej teploty je v experimentálnom priestore nulové magnetické pole. Metóda je založená na závislosti entropie paramagnetickej látky od teploty a magnetického poľa. Podľa tretieho zákona termodynamiky musí entropia každej látky s klesajúcou teplotou klesať smerom k nule. Navyše, ak paramagnetickú látku vložíme do magnetického poľa, dôjde k čiastočnému usmerneniu magnetických momentov do smeru poľa, takže entropia vyjadrujúca mieru neusporiadania v systéme bude pri danej teplote menšia ako v prípade nulového magnetického



Obr. 1.6 Teplotná závislosť entropie pre rôzne magnetické polia

poľa. Pre teplotnú závislosť entropie v nulovom a nenulovom magnetickom poli môžeme teda očakávať závislosť uvedenú na obr. 1.6. Predpokladajme, že na začiatku je látka v stave (I) v nulovom magnetickom poli. Látku spojíme s tepelným rezervoárom a následne budeme zvyšovať hodnotu magnetického poľa. Magnetické pole bude postupne usmerňovať magnetické momenty, takže entropia bude klesať. Pri poklese entropie sa bude v látke vyvíjať tzv. magnetizačné teplo, ktoré bude odvádzané do tepelného rezervoára. Pri uvedených podmienkach pôjde o proces izotermickej magnetizácie, látka prejde zo stavu (I) do stavu (II). Následne bude látka adiabaticky oddelená od svojho okolia a magnetické pole začne znižovať. Pri demagnetizácii dôjde k znižovaniu miery usporiadania magnetických momentov, takže entropia magnetického podsystemu bude narastať. Keďže látka je od okolia adiabaticky oddelená, tento proces musí byť izentropický, takže zvýšenie entropie magnetického podsystemu bude

kompenzované znížením entropie mriežkového podsystemu, čo bude mať za následok zníženie teploty látky a zmenu zo stavu (II) do stavu (III). Veľkosť teplotnej zmeny $\Delta T = T_2 - T_1$ pri adiabatickej demagnetizácii určíme nasledovnou úvahou: Entropia je funkciou teploty a magnetického poľa, takže pre jej úplný diferenciál môžeme písať

$$dS = \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_H dT + \left(\frac{\partial S}{\partial H} \right)_T dH . \quad (1.4)$$

S využitím Maxvellovho vzťahu $(\partial M / \partial T)_H = (\partial S / \partial H)_T$ môžeme vzťah (1.4) upraviť nasledovne

$$TdS = c_H dT + \left(\frac{\partial S}{\partial H} \right)_T dH , \quad (1.5)$$

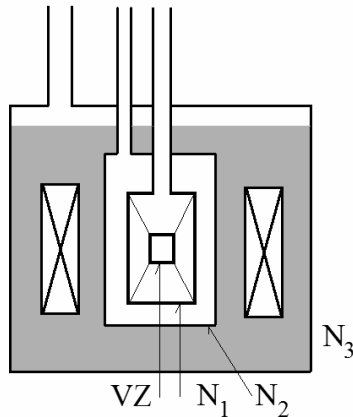
kde c_H je tepelná kapacita látky skúmaná v konštantnom magnetickom poli. V prípade izotermickej magnetizácie bude vo vzťahu (1.5) na pravej strane nenulový iba druhý člen. Ak uvážime adiabatickú demagnetizáciu, vzťah (1.5) prejde na tvar

$$0 = c_H dT + \left(\frac{\partial S}{\partial H} \right)_T dH . \quad (1.6)$$

Keďže pre paramagnet je $M = \chi H = CH/T$, veličina $(\partial M / \partial T)_H$ bude záporná, takže pre demagnetizáciu ($dH < 0$) sa látka bude naozaj ochladzovať. Všeobecne, zmena magnetického poľa o ΔH vyvolá zmenu teploty ΔT určenú vzťahom

$$\Delta T = -\frac{T}{c_H} \left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H \Delta H . \quad (1.7)$$

Schéma experimentálneho usporiadania pre adiabatickú demagnetizáciu je uvedená na obr. 1.7. Vzorka (VZ) je vyviazaná na napr. nylonových vláknach vo vnútornej nádobe (N1). V tejto nádobe je aj plynné ${}^4\text{He}$ pri tlaku rádovo desiatky Pa zabezpečujúce tepelný kontakt s vonkajšou nádobou (N2). Nádoba N2 je umiestnená v ďalšej nádobe (N3), v ktorej sa nachádza kvapalnú hélium.



Obr. 1.7 Kryostat pre adiabatickú demagnetizáciu

Magnet vytvárajúci magnetické pole môže byť uložený mimo kryostatu, alebo, v prípade supravodivého magnetu, je umiestnený priamo v nádobe N3. V oboch prípadoch sa vzorka nachádza v strede magnetu. Pri experimente je najskôr do nádob N1 a N2 napustený výmenný plyn a vzorka izotermicky zmagnetovaná. Následne je z bezprostredného okolia vzorky odsatý plynný ${}^4\text{He}$ a potom prebehne adiabatická demagnetizácia. Pokiaľ by sme zo študijných dôvodov chceli vykonať adiabatickú demagnetizáciu pri teplotách podstatne vyšších ako je teplota kvapalného ${}^4\text{He}$, je výhodné znížiť tlak výmenného plynu aj v nádobe N2. Tým dosiahneme zníženie tepelnej výmeny medzi nádobami N1 a N2 a ľahšie vyhriatie nádoby N1 na teplotu, pri ktorej sa má uskutočniť adiabatická demagnetizácia. Pokiaľ bude teplota nádoby N1 na rovnakej teplote ako je počiatočná teplota vzorky, výrazne sa zlepšia adiabatické podmienky pre demagnetizáciu. Pre ideálne adiabatické podmienky bude pre zmenu teploty platiť vzťah (1.7), v reálnej situácii bude zmena teploty menšia. Príčinou je tepelný príkon do vzorky spôsobený predovšetkým zvyškovým plynom, vedením tepla po závesoch a mechanickými vibráciami. Uvedený jav sa nazýva magnetokalorický jav, poznamenajme, že niekedy je tento jav aj nežiadúci, napr. v situácii keď skúmame vlastnosti magnetickej látky pri konštantnej teplote v pulznom magnetickom poli. Spomenuté metódy dosahovania veľmi nízkych teplôt zďaleka nevyčerpávajú všetky v súčasnosti používané techniky, podrobný rozbor ďalších metód je uvedený napr. v prácach [7,8,9].

1.4 Získavanie veľmi vysokých teplôt

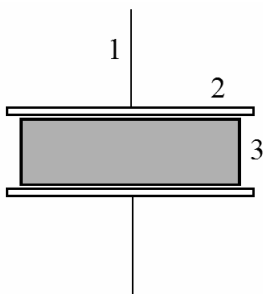
Teplotný rozsah v ktorom je možné študovať vlastnosti tuhých látok je v súčasnosti možné rozšíriť až do teplôt rádovo 10^4 K. Medzi izbovou teplotou a spomenutou hornou hranicou teplotného intervalu

sa používa niekoľko spôsobov ohriatia vzorky, v závislosti na charaktere materiálu a požadovanej teplote.

Ak skúmame elektricky nevodivý materiál je možné na jeho vyhriatie využiť ohrev dielektrickými stratami, touto metódou je možné dosiahnuť teplotu až do 10^3 K. Pre dielektrický materiál je hustota energie w uvoľnenej v objemovej jednotke daná vzťahom

$$w = \varepsilon_0 \varepsilon'' \omega E^2, \quad (1.8)$$

kde ε_0 je permitivita vákua, ε'' je imaginárna zložka permitivity dielektrika, ω je kruhová frekvencia vysokofrekvenčného elektromagnetického poľa a E je jeho intenzita. Ak pre jednoduchosť budeme predpokladať frekvenčnú nezávislosť permitivity, potom zo vzťahu (1.8) vyplýva, že miera ohrevu dielektrickej vzorky bude úmerná amplitúde a frekvencii elektromagnetického poľa. V praxi sa používa ohrev vo frekvenčnom pásme od 10 do 100 MHz. Pri ohreve dielektrickým stratami je ohrievaná vzorka (3) umiestnená medzi elektródami (2) doskového kondenzátora, na ktorý je pomocou prívodov (1) privádzaný vysokofrekvenčný signál, schéma usporiadania je uvedená na obr. 1.8. Výhodou ohrevu dielektrickými



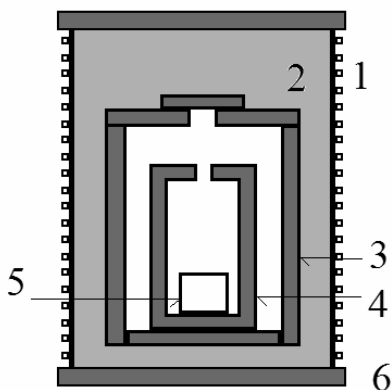
Obr. 1.8 Schéma usporiadania pre ohrev dielektrickými stratami

stratami je rovnomerný ohrev v celom objeme vzorky. Poznamenajme, že aj v dnešnej dobe veľmi rozšírený mikrovlnný ohrev možno považovať za špecifický druh ohrevu dielektrickými stratami, pričom prakticky používaná frekvencia elektromagnetického poľa 2.45 GHz umožňuje prenášať elektromagnetickej vlny v otvorenom priestore a ohrievaná vzorka sa vkladá do cesty elektromagnetickým vlnám, takže ide o bezkontaktnú metódu ohrevu.

Pre získavanie teplôt v oblasti 1000 K až 3000 K je možné využiť elektrickú odporovú pec [10]. Jej základom je odporové vinutie natočené zvonku, alebo zvnútra na dutom telese zo žiaruvzdorného materiálu, v ktorom sa nachádza ohrievaná vzorka. Použitie odporové vinutie má veľký ohmický odpor a premieňa energiu pretekajúceho

prúdu na teplo. Pre dosiahnutie dobrého tepelného kontaktu medzi odporovým vinutím a dutým telesom je vhodné použiť medzi oboma prvkami spojivo, najčastejšie pripravene ako kašovitá hmota z pálenej hlíny, kaolínu, alebo porcelánového prachu podľa pracovnej teploty pece. Je výhodné, ak pec pracujúca v hornej hranici teplotného rozsahu je umiestnená v ochrannej inertnej atmosfére, nakoľko vo vákuu dochádza pri vyšších teplotách a dlhodobom používaní k postupnému odprašovaniu materiálov jednotlivých prvkov.

Alternatívny spôsob ohrevu vzorky približne do teplôt o hodnotách 3000 K predstavuje elektrická indukčná pec, ktorá je schematicky znázornená na obr. 1.9. Indukčná pec využíva výkonový transformátor, ktorého sekundárne vinutie (1) je navinuté na telese so žiaruvzdorného izolačného materiálu (2). Vo vnútornej časti tohto telesa sa nachádza vnútorná nádoba (3), v ktorej je umiestnený kelímok (4). V kelímku je uložená samotná vzorka (5), pričom celé usporiadanie je uložené na izolačnej podložke (6). Ohrev v tomto type pece sa realizuje prostredníctvom vírivých prúdov, pričom sa



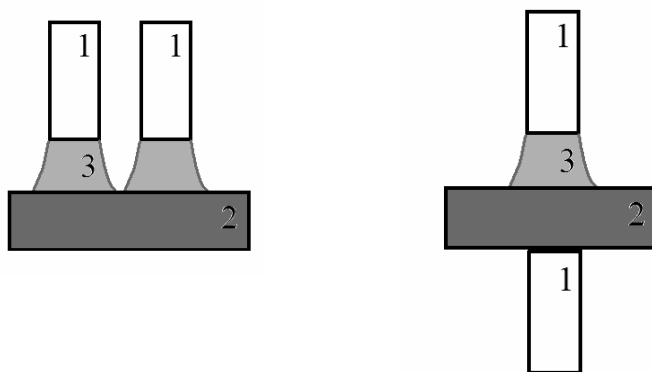
Obr. 1.9 Elektrická indukčná pec

ohrieva buď priamo vzorka, alebo kelímok, v ktorom je vzorka uložená, podľa použitých materiálov. Frekvencia ohrevu sa obvykle volí v rozsahu 50 Hz až 400 kHz podľa druhu, ako aj veľkosti ohrievanej vzorky.

Všeobecne, čím menší je objem vzorky, tým vyššiu frekvenciu možno použiť, pretože táto prenikne celým objemom vzorky. Pripomeňme, že miera prenikania vysokofrekvenčného elektromagnetického poľa do elektricky vodivej vzorky súvisí z hĺbkou vniku, ktorá je nepriamo úmerná frekvencii poľa. Výkon transformátora obvykle dosahuje rádovo desiatky až stovky kW. Výhodou indukčnej pece je fakt, že pri tomto spôsobe ohrevu nedochádza k masívnym tepelným stratám cez prívodné vodiče, nakoľko ide o bezkontaktný ohrev. Výkonové straty na samotnom

transformátore nie sú výrazne, takže chladenie primárnej cievky, obvykle vodné, je nutné použiť až pri vyšších ohrevných výkonoch. Alternatívny spôsob realizácie elektrickej indukčnej pece využíva na fixáciu vzorky v priestore magnetické pole, čo vedie k ďalšiemu zníženiu tepelných strát.

Teploty vyššie ako 3000 K možno získať pomocou oblúkovej pece [11]. Vyhrievanie vzorky využíva vytvorenie elektrického oblúka medzi elektródou, najčastejšie grafitovou a samotnou vzorkou. Jedno z možných usporiadaní oblúkovej pece je znázornené na obr. 1.10a., kedy je vyhrievaná látka (2) použitá súčasne ako jedna z elektród (1). V alternatívnom usporiadaní, podľa obr. 1.10b., je vzorka vložená medzi dvojicu elektród a je vyhrievaná elektrickým oblúkom (3). V oboch usporiadaniach sa vyžaduje, aby vzorka bola elektricky vodivá. Pokiaľ je vzorka väčších rozmerov, je vhodné využiť vyšší počet elektród (1) s reguláciou ich polohy pre zaručenie rovnomerného ohrevu celého objemu vzorky. Vzorka sa môže nachádzať v kelímku, ktorý je uložený v dutej nádobe. Táto je od okolia tepelne oddelená izolačnou vrstvou, obdobne ako v usporiadaní podľa obr. 1.9.



Obr. 1.10a, b Schematické znázornenie elektród v oblúkovej peci

1.5 Meranie teploty

Získanie a udržanie požadovanej teploty vzorky predstavuje prvú nutnú podmienku úspešného experimentu zameraného na štúdium predovšetkým teplotných závislostí skúmaných fyzikálnych veličín. Ďalšou nutnou podmienkou je presné zmeranie teploty skúmanej látky. V súčasnosti sa používajú rôzne metódy termometrie, v závislosti od typu látky a teplotného intervalu, v ktorom sa má experiment realizovať.

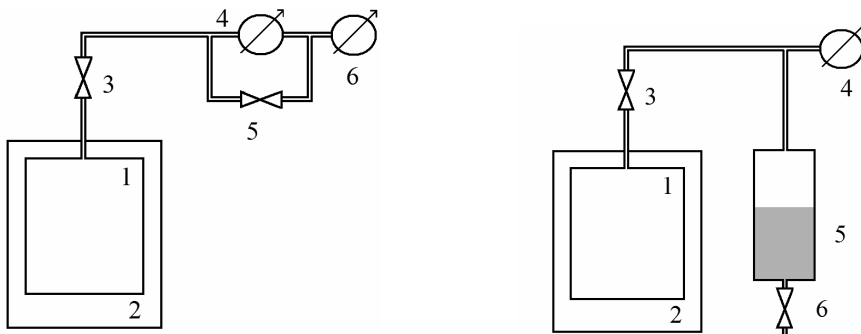
Každý teplomer by mal spĺňať niekoľko požiadaviek bez ohľadu na jeho technickú realizáciu. Predovšetkým skúmaná veličina musí byť

merateľná podľa možnosti ľahko, rýchlo a s dostupným experimentálnym vybavením, teplotná závislosť meranej veličiny x musí byť opísateľná primerane jednoduchým vzťahom, citlivosť teplomera definovaná ako $(\Delta x/x)(\Delta T/T)$ musí byť dostatočne vysoká, čas odozvy teplomera na zmenu teploty musí byť krátky, čo znamená, že teplomer musí mať malú tepelnú kapacitu, dobrú tepelnú vodivosť a musí byť so skúmaným objektom v dobrom tepelnom kontakte. Navyše, pri meraní teploty musí iba v minimálnej miere dochádzať k prenosu tepelnej energie medzi teplomerom a skúmaným objektom. V neposlednom rade počas merania sa samotný teplomer nesmie prehrievať.

Jedným z najstarších typov teplomerov sú teplomery založené na rozpínaní plynov, kvapalín či tuhých látok [7]. Plynový teplomer je založený na platnosti stavovej rovnice pre ideálny plyn

$$pV = nRT, \quad (1.9)$$

kde p je tlak, V je objem, n počet mólov plynu a R označuje univerzálnu plynovú konštantu. Meranie teploty prebieha obvykle pri konštantnom objeme, alebo konštantnom tlaku, príslušné zostavy sú ilustrované na obr. 1. 11a resp. 1.11b. V zostave pre meranie teploty pri konštantnom tlaku je meraný priestor (1) obklopený termostatom (2), ktorého teplota sa mení. Meraný priestor je cez oddeľovací ventil (3) spojený s diferenciálnym manometrom (4) ktorého jeden vstup je napojený na manometer (6) merajúci tlak v absolútnych jednotkách. Ventil (5) umožňuje priame napojenie manometra (6) k priestoru (1), v ktorom prebieha meranie teploty. Pokiaľ meriame pri konštantnom tlaku, využijeme usporiadanie podľa obr. 1.11b, ktoré využíva priame prepojenie meraného priestoru (1) s manometrom (4). Na spojovacie potrubie je napojený aj rezervoár (5) najčastejšie s ortuťou, ktorý vyrovnáva pracovný objem tak, aby



Obr. 1.11a, b Možné realizácie plynových teplomerov

tlak v usporiadaní bol konštantný. Ortuť je do rezervoára dopĺňaná cez ventil (6).

Je potrebné zdôrazniť, že napriek principiálnej jednoduchosti je korektné meranie teploty pomocou plynového teplomera technicky náročné. Je nutné zabezpečiť, aby objemy, ktoré nie sú vystavené zmenám teploty, tzv. mŕtve objemy tvorené priestormi vo ventiloch, spojovacích potrubíach a pod., boli minimálne a časovo nezávislé, aby nebolo nutné robiť korekcie vzhľadom k zmenám týchto objemov. Ďalšie faktory, ktoré je potrebné vziať do úvahy predstavujú objemové zmeny komponentov zostavy s teplotou a tlakom, absorpcia resp. desorpcia plynu z vnútorných stien nádoby a v neposlednom rade odchýlky správania sa použitého plynu od ideálneho plynu, ktoré sú výrazné práve pri nízkych teplotách. Z uvedených dôvodov sa termometria založená na meraní teplotných zmien objemu plynu používa v metrologických laboratóriách temer výhradne na kalibračné účely.

Ďalší spôsob termometrie využívajúci plyn ako pracovné médium je založený na Clausiusovej – Clapeyronovej rovnici, ktorá má pre teplotnú zmenu tlaku nasýtených pár nad kvapalinou vo všeobecnosti tvar

$$\left(\frac{dp}{dT}\right)_{par} = \frac{S_{plyn} - S_{kvap}}{V_{plyn}^m - V_{kvap}^m}, \quad (1.10)$$

v ktorej S predstavuje entropiu a V^m molárny objem plynu resp. kvapaliny. Ak uvážime, že rozdiel entropií v plynnej resp. kvapalnej fáze možno približne vyjadriť ako Q_L/T , kde Q_L je latentné teplo, že molárny objem plynu je podstatne väčší ako molárny objem kvapaliny a že pre určenie molárneho objemu plynu môžeme použiť stavovú rovnicu pre ideálny plyn, potom rovnicu (1.10) môžeme upraviť nasledovne [5]

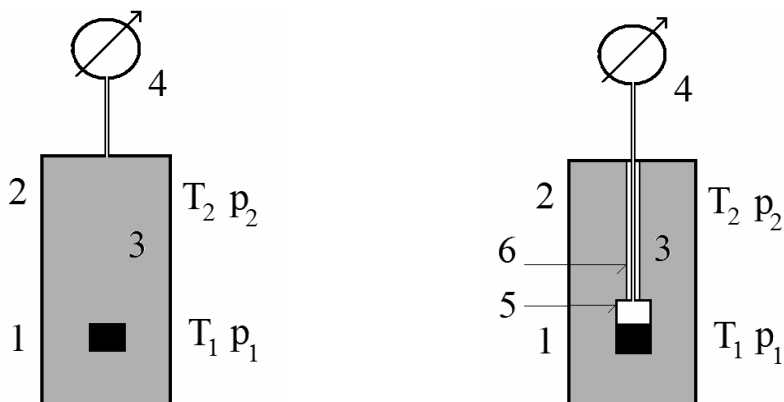
$$\left(\frac{dp}{dT}\right)_{par} = \frac{Q_L p}{RT^2} \quad (1.11)$$

Pokiaľ uvážime ďalší zjednodušujúci predpoklad, že latentné teplo nezávisí od teploty, riešením diferenciálnej rovnice (1.11) je funkcia

$$p(T) \approx \exp(-Q_L / RT). \quad (1.12)$$

Z uvedeného vzťahu je zrejmé, že tlak nasýtených pár nad kvapalinou je exponenciálnou funkciou teploty a teda meraním tohto tlaku je možné určiť teplotu skúmanej sústavy. Všeobecne je termometria založená na meraní tlaku nasýtených pár jednoduchšia a presnejšia ako termometria založená na meraní teplotných zmien objemu plynu, pretože tlak nasýtených pár sa s teplotou mení exponenciálne. Ako

pracovné médium je možné použiť H_2 , O_2 alebo N_2 , avšak najčastejšie používaným médiom sú oba izotopy hélia. Pri použití He^3 je teplomer založený na meraní tlaku nasýtených pár možné použiť až do teploty 0.5 K, je ho však nutné kalibrovať, pretože v teplotnom intervale 0.5 K – 4.2 K predstavuje použitie vzťahov (1.11, 1.12) príliš hrubú aproximáciu. Pri praktickom meraní teploty s využitím uvedenej metódy je potrebný dostatočne citlivý manometer, taktiež je potrebné mať k dispozícii vzťah dávajúci do súvisu teplotu a tlak nasýtených pár. Zjednodušená schéma príslušnej zostavy je uvedená na obr. 1.12a. Experimentálna zostava (1) vyžadujúca určenie teploty sa nachádza vo vnútri nádoby (2) vyplnenej plynom (3). Tlak plynu je meraný manometrom (4) umiestneným na vrchnej prírubе nádoby. V tejto zostave však môže dochádzať k výraznému skresleniu meranej hodnoty teploty. Príčinou skreslenia je vytvorenie tlakového gradientu v nádobe, ktorý vznikne, pokiaľ je experimentálna zostava držaná na teplote T_1 nižšej ako je teplota okolia nádoby T_2 . Tento gradient sa vďaka nízkej tepelnej vodivosti plynu nedokáže vyrovnáť, takže vo vrchnej časti nádoby bude aj tlak p_2 vyšší ako tlak p_1 v okolí



Obr. 1.12a, b Teplomery založené na meraní tlaku nasýtených pár

experimentálnej zostavy. Uvedený problém možno výrazne potlačiť použitím usporiadania z obr. 1.12b, v ktorom je na experimentálnu zostavu (1) tepelne kontaktovaný pracovný objem teplomera (5), ktorý je s manometrom spojený tenkou kapilárkou umiestnenou vo vákuovanej rúrke (6) tak, aby kapilára bola v tepelnom kontakte iba s pracovným objemom teplomera, aby teplota v nádobe neovplyvnila tlak v spojovacej kapiláre. Aj s týmto vylepšením vzniká pri nízkych teplotách experimentálna chyba spojená so zmenou režimu prúdenia plynu. Konkrétnejšie, pokiaľ bude priemer r kapiláry porovnateľný so strednou voľnou dráhou prúdiacich molekúl plynu λ , dôjde k vzniku tlakového rozdielu medzi spodnou a vrchnou časťou kapiláry, ktorého veľkosť závisí od hodnoty tlaku, teploty a geometrického faktora

$$\frac{dp}{dT} = \frac{p}{2T} f(r/\lambda) \quad (1.13)$$

Hodnoty funkcie $f(r/\lambda)$ pre sériu hodnôt parametrov r a λ sú uvedené v literatúre [12,13]. Uvedenému problému je možné ľahko predísť použitím snímača tlaku, ktorý nebude umiestnený na izbovej teplote, ale bude sa nachádzať v bezprostrednej blízkosti experimentálnej zostavy. Takým tlakovým snímačom môže byť napr. kapacitný manometer, ktorý sa vyznačuje vysokým rozlíšením a časovou stabilitou.

Ďalší spôsob merania teploty je založený na teplotnej závislosti odporu rôznych materiálov [14]. Odporová termometria je technicky veľmi jednoduchá a je pravdepodobne najrozšírenejšia v technickej a laboratórnej praxi, keďže meranie elektrického odporu patrí medzi bežné metódy s bežne dostupným prístrojovým vybavením. Navyše, vzťah medzi elektrickým odporom a teplotou je pre väčšinu materiálov jednoduchý. Korektné meranie teploty s využitím odporovej termometrie však vyžaduje splnenie dvoch základných predpokladov:

- prívodné vodiče odporového teplomera musia byť udržiavané na tej istej teplote, ako je teplota skúmaného objektu, aby nedošlo k prenosu tepla medzi teplomerom a okolím a k následnej zmene teploty samotného teplomera.
- pri meraní elektrického odporu musí byť výkon rozptýlený na teplomeri obmedzený tak, aby sa tento výkon odvádzal do meraného objektu bez prehrievania samotného teplomera.

Zatiaľ čo splnenie prvej podmienky je rovnako náročné pri nízkych aj vysokých teplotách, druhá podmienka predstavuje výrazné obmedzenie veľkosti užitočného signálu predovšetkým pri nízkych teplotách. Vzhľadom k znižujúcej sa tepelnej vodivosti s klesajúcou teplotou pre materiály používané ako spojivá medzi teplomerom a skúmaným objektom musí klesať aj rozptýlený tepelný výkon. Pre ilustráciu tejto skutočnosti uveďme, že v oblasti extrémne nízkych teplôt, napr. pri 100 mK, pre korektné meranie teploty musí byť výkon rozptýlený na odporovom teplomery menší ako 10^{-12} W, čo kladie veľmi vysoké nároky na prenos a následné spracovanie meraného signálu.

V súčasnosti sa pre odporovú termometriu používa niekoľko typov materiálov. V kovových materiáloch sa využíva ich temer lineárna teplotná závislosť elektrického odporu v širokom teplotnom intervale od desiatok po stovky Kelvinov. Najpoužívanějšími kovmi sú Pt, Cu, menej často Au, Ag. Vhodné sú aj mäkkšie kovy ako Pb, In, ktoré majú výraznú teplotnú závislosť elektrického odporu až do oblasti teplôt jednotiek Kelvinov, kedy sa stávajú supravodivými. Platinový teplomer je použiteľný v rozsahu teplôt 10 až 900 K, výhodou použitia Pt je jej chemická stálosť a možnosť vyrobiť tento materiál s vysokou

čistotou, ktorá rozhodujúcim spôsobom ovplyvňuje strmosť prevodovej charakteristiky teplomera. Teplomer je obvykle realizovaný tak, že Pt vodič priemeru 0.05 až 0.2 mm je špirálovito navinutý na nosnú časť napr. zo zafíru a tento celok je zapuzdrený vo valcovitom keramickom puzdre. Pre zlepšenie tepelného kontaktu medzi Pt vodičom a meraným objektom je vnútorný priestor vyplnený He plynom. Tieto teplomery sú navrhované tak, aby pri teplote 0 °C mali špecifickú hodnotu odporu, typickým príkladom je teplomer Pt100 určený pre laboratórne a priemyselné aplikácie, s nominálnou hodnotou odporu 100 Ω, hodnota odporu sa v pracovnom intervale teplôt mení až o dva rády, čo zaručuje dostatočnú citlivosť teplomera. Nevýhodou odporových teplomerov, Pt teplomer nevynímajúc, je závislosť ich prevodových charakteristík od magnetického poľa. Napríklad pre Pt teplomer magnetické pole 5 T spôsobí pri teplote 20 K chybu merania až 100 % [15]. Aj keď uvažíme oveľa menšie magnetické pole, napr. 0.5 T, pri teplote 12 K je chyba merania 1.5 K, čo nie je zanedbateľné.

Ďalší typ odporových teplomerov predstavujú germániové teplomery. Pre tieto teplomery hodnota odporu s klesajúcou teplotou narastá, pre ideálny vlastný polovodič možno teplotnú závislosť odporu popísať vzťahom

$$R(T) = R_0 \exp\left(\frac{\Delta E}{k_B T}\right), \quad (1.14)$$

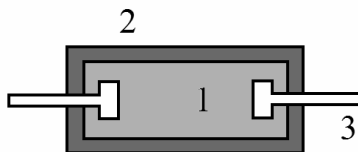
kde ΔE je energetická medzera medzi vrchom valenčného pásu a dnom vodivostného pásu. Pre reálne germániové teplomery však vzťah (1.14) neplatí s dostatočnou presnosťou. Príčinou môže byť veľmi vysoká hodnota elektrického odporu, ktorá už nebude určená vlastnou vodivosťou, ale nečistotami, ktoré zohrávajú úlohu donorov, alebo akceptorov. Keďže z technologických príčin nie je možné garantovať vo všetkých teplomeroch rovnakú mieru nečistôt, pre germániové teplomery nejestvuje univerzálny vzťah medzi teplotou a elektrickým odporom, ktorý by dostatočne presne vystihoval príslušnú závislosť [16]. Z tohto dôvodu je v experimentálnej praxi zaužívaných niekoľkých empirických rovníc, ktoré sú použiteľné v širokom teplotnom rozsahu od 30 mK do 20 K. Jedna z týchto rovníc má tvar

$$\frac{1}{T} = \sum_i A_i (\log R)^i, \quad (1.15)$$

v ktorej koeficienty A_i ako aj index i môžu nadobúdať kladné aj záporné hodnoty. Nevýhodou germániových teplomerov je ich veľká citlivosť na magnetické polia, kde relatívna zmena odporu teplomera rastie približne s druhou mocninou indukcie magnetického poľa a výrazne narastá s klesajúcou teplotou. Na magnetorezistenciu teplomera vplýva obsah prímiesí v polovodiči ako aj orientácia

pretekajúceho elektrického prúdu voči magnetickému poľu. Na základe uvedeného je potrebné pre každý konkrétny experiment využívajúci germániový odporový teplomer stanoviť závislosť získanej hodnoty teploty od magnetického poľa.

Teplotné snímače založené na báze uhlíkových odporov patria vďaka svojej jednoduchosti, cene, robustnosti a menšej citlivosti na magnetické pole medzi najrozšírenejšie teplomery, pričom nejde o odpory vyrábané špeciálne pre účely termometrie, ale o bežné elektrotechnické súčiastky. Uhlíkové odpory sú podstatne lacnejšie ako germániové teplomery, navyše majú veľmi jednoduchú teplotnú závislosť elektrického odporu, pričom elektrický odpor s klesajúcou teplotou narastá. Uhlíkové odpory však nepatria medzi polovodičové materiály, typ teplotnej závislosti elektrického odporu je daný ich spôsobom výroby. Rez uhlíkovým odporom používaným pre odporovú termometriu je uvedený na obr. 1.13. Vnútro odporu (1) obsahuje častice uhlíka, ktoré sú spojené spojivom a je chránené puzdrom (2).



Obr. 1.13 Prierez uhlíkovým teplomerom

Spojovacie vodiče sa prispájajú na prívody (3). Výsledný typ teplotnej závislosti elektrického odporu je určený predovšetkým kontaktným odporom medzi časticami uhlíka. Dôležitú úlohu zohrávajú aj detaily výrobného procesu, napr. veľkosť uhlíkových častíc či zloženie spojiva. Prevodová charakteristika týchto teplomerov je preto rozdielna pre teplomery pochádzajúce od rôznych výrobcov, aj keď nominálne hodnoty odporov týchto teplomerov sú rovnaké. Navyše prevodové charakteristiky nemajú veľmi dobrú reprodukovateľnosť pri následných experimentoch, príčinou sú napätia v materiáli, ktoré vznikajú pri ochladzovaní teplomera. Experimentálna skúsenosť ukazuje, že pre zvýšenie reprodukovateľnosti prevodovej charakteristiky je výhodné uhlíkové odpory tepelne cyklovať, tzn. periodicky ich ochladiť na teplotu kvapalného dusíka a následne ohriať na izbovú teplotu. Je potrebné realizovať niekoľko desiatok týchto cyklov, aby sa potlačil vplyv napätí v materiáli na prevodovú charakteristiku. Napriek tomu, pokiaľ chceme merať pomocou uhlíkového odporu teplotu s presnosťou lepšou ako 1 %, je vhodné pred experimentom daný teplomer kalibrovať. Pre matematický popis prevodovej charakteristiky bolo navrhnutých niekoľko vzťahov, zatiaľ najväčšej presnosť bola dosiahnutá použitím výrazu (1.15) pre $i = -1...3$ [17]. Podobne ako

germániové teplomery sú aj teplomer založené na báze uhlíkových odporov citlivé na vonkajšie magnetické pole. Pre korekciu zmeny teploty vyvolanú magnetickým poľom je pre uhlíkové teplomery výhodné použiť empirický vzťah [18]

$$\Delta T(B) = \frac{0.0442B^2T^{-0.083}}{1 + 0.00237BT^{0.77}} \quad (1.16)$$

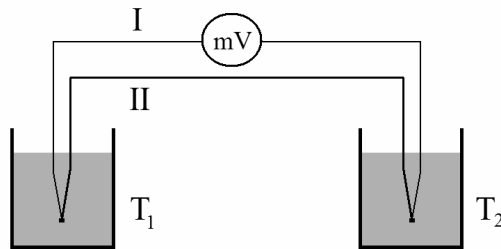
V súčasnosti sú uhlíkové odpory pre účely termometrie nahrádzané odpormi na báze RuO₂. Tieto teplomery opäť využívajú výrobnú základňu pre elektrotechnické súčiastky. Umiestňujú sa na zafírovú doštičku, na ktorej sú naparené spájkovacie plôšky. Samotná vrstva RuO₂ sa na podložku nanáša vo forme pasty, ktorá sa následne vypeká. Tvar prevodovej charakteristiky je, obdobne ako v prípade uhlíkových teplomerov, ovplyvnený zložením RuO₂ pasty, a predovšetkým použitým protokolom pri jej vypekaní. Citlivosť RuO₂ teplomerov je porovnateľná s citlivosťou teplomerov na báze uhlíkových odporov. Podstatnou výhodou RuO₂ teplomerov je ich oveľa vyššia reprodukovateľnosť a stálosť prevodovej charakteristiky, RuO₂ teplomery sú podstatne menej citlivé na magnetické pole, avšak v súčasnosti nie je k dispozícii univerzálne platný vzťah, ktorý by túto závislosť vystihol s dostatočnou presnosťou. Na druhej strane pre teplotnú závislosť odporu je pre RuO₂ teplomery k dispozícii vzťah, ktorý vychádza priamo z mikroskopického popisu mechanizmu elektrickej vodivosti [16]

$$R(T) = R_0 \exp\left(\frac{T}{T_0}\right)^{0.345} \quad (1.17)$$

Uvedeným vzťahom je možné popísať teplotnú závislosť elektrického odporu v teplotnom intervale 35 mK – 0.8 K s presnosťou lepšou ako 0.5 %. Ďalšou výhodou RuO₂ teplomerov sú ich malé rozmery, ktoré dosahujú rádovo jednotky milimetrov, čo ich predurčuje k použitiu v mikrokalimetrii. Navyše, pokiaľ poznáme nominálnu hodnotu ich odporu pri izbovej teplote, je možné odhadnúť hodnoty odporov pri nízkych teplotách s presnosťou lepšou ako 2 %. Malú citlivosť na magnetické pole možno podporiť faktom, že typická zmena ich odporu vyvolaná magnetickým poľom je $\Delta R(B)/R \approx 0.5$ % pre magnetické pole 5 T a teplotu 4.2 K.

Termočlánky predstavujú teplotné snímače, využívajúce termoelektrické javy v kovových a polovodičových materiáloch. Pozostávajú z dvoch rôznych materiálov I a II, ktoré sú na jednom konci spojené napr. zvaraním. Pre presnejšie merania sa používajú dvojité termočlánky, ktoré je možné zapojiť podľa obr. 1.14. Jeden tzv. merací spoj sa nachádza v mieste, ktorého teplotu T_I chceme

zmerať, zatiaľ čo druhý tzv. porovnávací spoj je v tepelnom rezervoári o známej stabilnej teplote T_2 . Jedným z najjednoduchších spôsobov



Obr. 1.14 Schéma zapojenia termočlánku

ako vytvoriť tepelný rezervoár je použitie nádoby so zmesou roztápajúceho sa ľadu a vody. Menej často sa za porovnávací bod využíva kvapalný dusík. Jeho teplota bodu varu za konštantného vonkajšieho tlaku je temer stála, na jej presnú hodnotu má však vplyv obsah kvapalného kyslíka, ktorý môže kondenzovať na jeho povrchu. Pokiaľ je teplota meracieho spoja odlišná od teploty porovnávacieho spoja, objaví sa na koncoch termočlánku napätie, ktoré je obvykle možné aproximovať kvadratickou závislosťou. Pri meraní napätia na termočlánku je potrebné mať na pamäti, že termočlánok sa chová ako mäkký zdroj napätia, takže merací prístroj musí mať dostatočne veľký vstupný odpor (minimálne $10\text{ M}\Omega$), aby nedošlo k skresleniu meraného napätia. Je vhodné kalibrovať termočlánok s tým istým meracím prístrojom, s ktorým bude realizované vlastné meranie teploty. Termočlánky sa používajú v širokom teplotnom intervale, od teplôt jednotiek kelvinov až po teploty približne 2000 K . Bežné termoelektrické merania je možné uskutočniť použitím termočlánkov meď – konštantán, alebo železo – konštantán. Hodnoty ich termoelektrických napätí v mV ako aj napätia iných termočlánkov sú uvedené v Tab. 1.4, pričom teplota porovnávacieho spoja je 273.15 K [4].

Teplota [K]	platina – platina rhódium	meď- konštan- tán	železo- konštan- tán	chromel -alumel	chromnikel- konštantán
70		-5.6	-7.89	-5.89	
170		-3.38	-4.63	-3.53	
250	-0.103	-0.76	-1.00	-0.78	
273.15	0	0	0	0	0
285	0.055	0.39	0.51	0.40	0.6
295	0.113	0.79	1.02	0.80	1.2

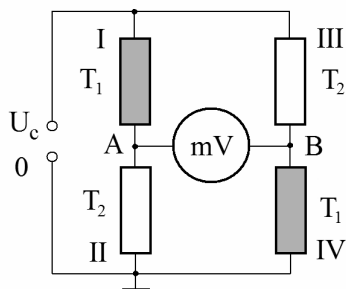
325	0.299	2.04	2.59	2.02	3.1
375	0.645	4.28	5.27	4.10	6.1
475	1.440	9.29	10.78	8.14	13.3
775	4.234		27.39	20.64	36.9
1075	7.345		45.50	33.28	61.4
1275	9.585		57.94	41.27	
1575	13.155			52.40	
1775	15.577				
1875	16.771				
1975	17.942				

Tab. 1.4 Hodnoty termoelektrického napätia vybraných termočlánkov pri rôznych teplotách

Z uvedenej tabuľky je zrejmé, že pre teploty väčšie ako 1600 K je možné použiť jediný typ termočlánku platina – platinarhódium, pozostávajúci z čistej platiny resp. zliatiny obsahujúcej 90 % platiny a 10 % rhódia. Keďže termoelektrické napätie z tohto termočlánku je veľmi stále, používa sa tento termočlánok ako kalibračný termočlánok v intervale teplôt 905 K až 1340 K. Pri výrobe kalibračného termočlánku sa používajú vodiče rovnakého priemeru približne 0.5 mm, ktoré musia byť starostlivo vyžíhané, konkrétne platinový vodič musí mať teplotu žihania najmenej 1375 K, vodič zo zliatiny platina – rhódium má mať teplotu žihania aspoň 1725 K. Pri kvalitnom vyžíhaní sa nebude meniť hodnota termoelektrického napätia pozdĺž jednotlivých vodičov pri konštantných teplotách oboch bodov. Veľmi vážnym problémom pri využití termočlánkov sú nehomogenity vodičov, ktoré sa môžu objaviť pri ich výrobe, alebo až následne pri manipulácii s nimi, napr. pri ich ohýbaní. Ak je miesto s lokálnou deformáciou vystavené teplotnému rozdielu, chová sa ako ďalší termočlánok generujúci dodatočné napätie, ktoré je však nežiaduce. Kontrolu vodičov termočlánku z hľadiska možných nehomogenít v nich je možné vykonať nepriamo, postupným ochladzovaním častí vodičov napr. na teplotu 77 K a meraním termoelektrického napätia. Pokiaľ je termočlánok z kvalitných vodičov, ktoré neboli vystavené mechanickému namáhaniu, bude napäťová zmena vyvolaná deformáciami menšia ako 1 μV . Dôležitým parametrom pri termometrii využívajúcej termočlánky je vhodná voľba teploty porovnávacieho bodu. Ak uvážime napr. termočlánok med' – konštantán, jeho citlivosť pri izbovej teplote bude 40 $\mu\text{V/K}$, pri teplote 77 K to bude 15 $\mu\text{V/K}$ a pri teplote 4.2 K bude citlivosť iba 6 $\mu\text{V/K}$ [15]. Ak chceme s uvedeným termočlánkom zistiť teplotný rozdiel $\Delta T = 0.2$ K pri teplote 20 K, musíme byť schopní spoľahlivo zmerať napäťovú zmenu približne 1 μV . Túto napäťovú zmenu budeme merať pri signálovom pozadí, ktoré bude určené hodnotou teploty porovnávacieho bodu. Ak zvolíme teplotu porovnávacieho bodu 275.15 K, budeme musieť zmerať napäťovú zmenu 1 μV pri napäťovej

úrovni 6 mV, pre teplotu porovnávacieho bodu 77 K to bude zmena 1 μV pri úrovni 0.7 mV, ale pri teplote porovnávacieho bodu 4.2 K budeme musieť rozlíšiť 1 μV pri úrovni 60 μV . Je zrejmé, že najhodnovernejší údaj môžeme očakávať práve v poslednom prípade, kedy konečná rozlišovacia schopnosť meracieho prístroja najmenej ovplyvní získaný výsledok. Teplotná závislosť termoelektrického napätia termočlánku je ovplyvnená aj vonkajším magnetickým poľom. Zo štúdií venovaných tomuto vplyvu, napr. [19,20], vyplýva, že pre oblasť héliových teplôt nie je vhodný žiaden typ termočlánku, pokiaľ nebol pre daný experiment kalibrovaný v magnetickom poli. Ukazuje sa však, že vplyv magnetického poľa je možné potlačiť, ak vodič prechádza gradientom magnetického poľa pri konštantnej teplote. Pri praktickom návrhu experimentálneho usporiadania je toto možné doceliť navinutím vodiča okolo tepelne vodivého valčeka, ktorý zabezpečí rovnakú teplotu vodiča na svojej dĺžke. Výrazný vplyv magnetického poľa je pozorovaný, ak je jeden z použitých materiálov chromel a druhým zlato s prísadou železa, kedy relatívna chyba $\Delta T/T$ vyvolaná magnetickým poľom napr. 5 T pri teplote 4 K môže dosiahnuť až 40 %. Veľmi nevhodný je aj alumel, nakoľko pre vysoké magnetické polia môže dôjsť k skresleniu veľkosti termoelektrického napätia aj pri izbovej teplote. Spoločnými vlastnosťami všetkých druhov termočlánkov je ich malá tepelná kapacita a krátky čas odozvy, takže sa dajú s výhodou použiť pri štúdiu dynamických dejov vyznačujúcich sa rýchlymi teplotnými zmenami. Ich malé rozmery umožňujú lokálne meranie teploty, takže sú vhodné na meranie teplotných gradientov a teplotných polí v skúmanom objekte. Malé priemery prírodných vodičov sú príčinou obvykle zanedbateľnej tepelnej výmeny medzi skúmaným objektom a okolím sprostredkovanou prírodnými vodičmi.

Okrem termočlánkov je možné merať teplotu aj pomocou bolometrov. Bolometre sa využívajú predovšetkým pri meraní vysokých teplôt, kde meraný objekt vyžaruje energiu do svojho okolia. Bolometer je vhodne upravený odporový teplomer obvykle pozostávajúci z absorpčnej platinovej fólie hrubej niekoľko μm umiestnenej na vhodnom substráte. Pri meraní teploty pomocou



Obr. 1.15 Schéma zapojenia bolometrov do Wheastonového mostíka

bolometrov s výhodou využívame zapojenie bolometrov do Wheastonovho mostíka, v ktorom sú dva bolometre vystavené tepelným účinkom žiarenia, ďalšie dva bolometre sú referenčné. Schéma usporiadania je uvedená na obr. 1.15, poznamenajme, že uvedené usporiadanie sa používa aj v tenzometrických aplikáciách.

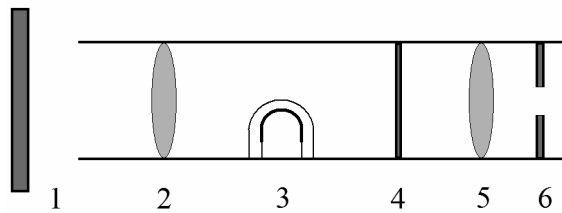
Pokiaľ použijeme štvoricu identických tenzometrov, bude pri rovnakých hodnotách teplôt T_1 a T_2 , napäťový rozdiel nulový. Pokiaľ bude meraná teplota T_1 vyššia ako referenčná teplota T_2 , napätie v bode A voči nulovej referencii sa zníži a napätie v bode B voči nulovej referencii sa zvýši, pretože odpor bolometrov I a IV vystavených teplotnej zmene sa s narastajúcou teplotou zvýši a odpor bolometrov II a III udržiavaných na konštantnej teplote zostane bez zmeny. Následne, dôjde k zvýšeniu napäťového rozdielu medzi bodmi A a B, ktorý je meraný milivoltmetrom s dostatočne vysokým vstupným odporom. Citlivosť uvedeného usporiadania je dvojnásobná oproti citlivosti jedného bolometra, nevýhodou je nutnosť nájsť štvoricu bolometrov tak, aby bol mostík pre rovnaké hodnoty teplôt T_1 a T_2 vyvážený. Bolometer môže byť realizovaný aj ako kapacitný, kedy sa využíva teplotná zmena permitivity, v tomto prípade sa namiesto Wheastonovho mostíka využije kapacitný, napr. Scherringov mostík. Výhodou bolometrov je ich rýchla odozva, ktorou sú charakteristické predovšetkým vďaka ich malej tepelnej kapacite a dobrej tepelnej vodivosti, ich charakteristický čas odozvy je rádovo desatiny sekundy.

Pre meranie teplôt vyšších ako 1900 K sa využívajú najčastejšie pyrometre [21]. Ide o optické teploměry, ktoré merajú teplotu bezkontaktnou metódou založenou na meraní žiarenia skúmaného objektu. Pri určení teploty pomocou pyrometra sa vychádza zo zákona žiarenia absolútne čierneho telesa. Je známe, že množstvo vyžiarenej energie závisí od teploty a je tým väčšie, čím je teplota telesa vyššia. Spektrum elektromagnetického žiarenia pozostáva z vln rôznej vlnovej dĺžky, pričom intenzita žiarenia jednotlivých zložiek je teplotne závislá. Distribúcia intenzity žiarenia v závislosti od vlnovej dĺžky je popísaná pomocou spektrálnej hustoty žiarenia $I(\lambda)$, definovanej ako množstvo energie pripadajúcej na jednotkový interval vlnovej dĺžky. Funkcia $I(\lambda)$ je charakterizovaná oblým maximom, ktorého poloha je teplotne závislá, pričom $I(\lambda)$ pre malé a veľké hodnoty vlnovej dĺžky klesá k nule. Vzťah medzi polohou maxima a absolútnu teplotou vyjadruje Wienov posuvný zákon, podľa ktorého

$$\lambda_{\max} = \frac{b}{T}, \quad (1.18)$$

kde λ_{\max} je vlnová dĺžka pri ktorej dosahuje funkcia $I(\lambda)$ maximum, T je teplota vyjadrená v Kelvinoch a pre hodnotu konštanty b platí, $b = 2.8977685 \cdot 10^{-3}$ m K. Pyrometer využívajúci teplotnú závislosť maxima distribúcie intenzity žiarenia sa nazýva optický pyrometer,

alebo pyrometer na monochromatické žiarenie, jeho schéma je uvedená na obr. 1.16. Svetlo zo skúmaného objektu (1) prichádza na spojnú šošovku (2), ktorá ho sústreďí do miesta, kde je umiestnená

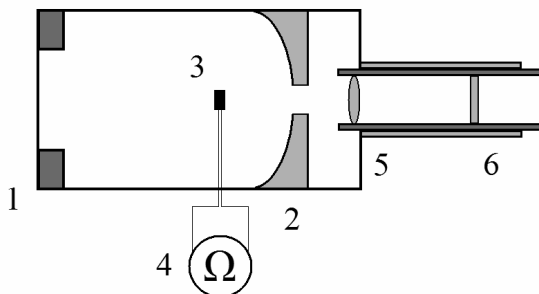


Obr. 1.16 Optický pyrometer na monochromatické žiarenie

lampa (3) s vláknom, ktoré je žeravené. Svetlo ďalej postupuje cez farebný filter (4) na okulár (5) a následne na clonu (6). Žeraviace vlákno v tvare oblúka sa nachádza v ohnisku spojnej šošovky. V ohniskovej vzdialenosti spojnej šošovky sa vytvára obraz objektu, pričom jas obrazu je úmerný jasovi a teda teplote objektu, môžeme teda porovnávať obraz objektu s obrazom svietiaceho vlákna. Použitie vhodného optického filtra zaručí, že pri porovnávaní obrazov budeme pracovať s monochromatickým žiarením. Pri meraní sa vizuálne porovnáva jas monochromatického žiarenia z objektu s jasom žeraveného vlákna, ktorý je možné nastaviť. Plynulou reguláciou žeraviaceho prúdu nastavujeme teplotu žeraviaceho vlákna tak, aby vlákno splynulo s obrazom objektu. V tejto situácii je jas vlákna a obrazu skúmaného objektu rovnaký a teda vláknu aj odrazu objektu môžeme priradiť rovnakú teplotu. Hodnotu teploty určíme zo znalosti vzťahu medzi žeraviacim prúdom a teplotou vlákna. Optický radiačný pyrometer je možné použiť v širokom teplotnom intervale od 850 K do 3750 K. Presnosť určenia teploty závisí od hodnoty meranej teploty, pre štandardné optické radiačné pyrometre je chyba určenia teploty 6 K v teplotnom rozsahu od 1070 K do 1520 K, pri teplotách približne 2000 K chyba narastá na 10 K, pre teploty v oblasti 3000 K je to už 25 K a pre teploty blížiacie sa k 3750 K chyba dosahuje hodnotu 50 K. Vyššiu presnosť je možné dosiahnuť vylúčením subjektívneho faktora pri vizuálnom vyhodnocovaní obrazu použitím fotoelektrického detektora. Pri automatickom vyrovnávaní oboch jasov je možné presnosť určenia teploty zdvojnásobiť.

Iným typom pyrometra je tzv. radiačný pyrometer využívajúci Stefan – Boltzmannov zákon, podľa ktorého je energia žiarenia absolútne čierneho telesa priamo úmerná štvrtéj mocnine teploty. Energia vyžiarená skúmaným objektom sa sústreďuje na snímač teploty, pričom v ideálnom prípade sa využívajú všetky vlnové dĺžky žiarenia. V reálnom usporiadaní dochádza k výraznej absorpcii dlhovlnných zložiek spojnými šošovkami alebo zrkadlami, čo znižuje

citlivosť pyrometra v oblasti nižších teplôt. Na druhej strane nejestvuje obmedzenie zhora pre meranú teplotu, v experimentálnej praxi je však pri veľmi vysokých teplotách problematická kalibrácia pyrometra. Schéma radiačného pyrometra je uvedená na obr. 1.17. Dopadajúce žiarenie prechádza cez vstupnú clonu (1) a dopadá na postriebrené alebo pozlátené konkávne zrkadlo (2), ktoré sústreďuje žiarenie do svojho ohniska. V ohnisku zrkadla je umiestnený snímač

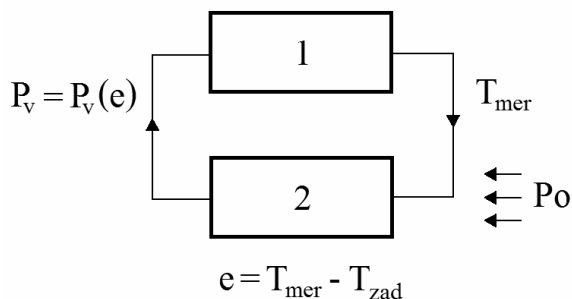


Obr. 1.17 Radiačný pyrometer

(3), používa sa termočlánok, bolometer, alebo termistor. Meracia ploška snímača je čiernej farby, aby zachytila čo najviac dopadajúceho žiarenia. Hodnota ohmického odporu snímača sa meria citlivým ohmmetrom (4). Pre potreby zamerania je pyrometer vybavený okulárom, v ktorom je spojná šošovka (5) a ochranná clona (6). Po nastavení polohy pyrometra je potrebné posunom nastaviť správnu polohu zrkadla (2). Pri meraní sa nastavuje vstupná clona (1) tak, aby plocha meraného objektu pokryla celé zorné pole pyrometra. Radiačný pyrometer sa štandardne používa v teplotnom rozsahu od 330 K do 1750 K, pričom presnosť merania teploty je 1 až 2 % z meranej hodnoty. Podľa použitého snímača teploty sa čas odozvy na teplotnú zmenu pohybuje od stotín sekundy po jednotky sekúnd.

1.6 Regulácia teploty

Úlohou regulátora teploty je udržať teplotu skúmaného objektu na hodnote čo najbližšie k požadovanej teplote, prípadne zabezpečiť požadovaný teplotný profil počas merania skúmanej fyzikálnej veličiny. Navyše, regulátor teploty musí eliminovať vonkajšie rušivé vplyvy, ktoré sa v reálnej experimentálnej situácii môžu vyskytnúť. Všeobecná schéma uzavretého regulačného obvodu je uvedená na obr. 1.18. Obvod pozostáva zo samotného regulátora (1), ktorý je napojený na regulovanú sústavu (2) tak, aby sa vytvorila záporná spätná väzba [22].



Obr. 1.18 Uzavretý regulačný obvod

Regulovaná sústava realizovaná samotným experimentálnym usporiadaním je teda súčasťou regulačného obvodu. Vďaka zápornej spätnej väzbe regulátor minimalizuje regulačnú odchýlku e , vyjadrenú ako rozdiel medzi požadovaným priebehom regulovanej veličiny T_{zad} a jej skutočným priebehom T_{mer} . Skutočný priebeh regulovanej veličiny je ovplyvnený aj poruchami P_o , ktoré predstavujú náhodný signál. Korektná regulácia teploty vyžaduje uváženie viacerých faktorov, ktoré si postupne rozoberieme.

Jednotlivé časti systému, ktorý má byť stabilizovaný na rovnakej teplote musia mať dobrú tepelnú vodivosť. Väčšinou samotné prvky zostavy sú charakterizované dobrou tepelnou vodivosťou, dôležité však je zaručiť aj kvalitu spojov jednotlivých prvkov, kde by mohlo dôjsť ku vzniku vyššieho tepelného odporu. Tepelný odpor hrá podstatnú úlohu predovšetkým pri nízkych teplotách, možno ho znížiť použitím materiálov s hladkým povrchom, s dostatočne veľkou plochou pre tepelnú výmenu a taktiež mechanickým tlakom [8]. Nízka tepelná vodivosť spôsobuje oneskorenú časovú odozvu medzi zmenou ohrevného výkonu a zmenou teploty. Veľkosť tohto oneskorenia je vyjadrená pomocou relaxačného času τ a je určená nasledovne

$$\tau = \frac{C}{\kappa}, \quad (1.19)$$

kde C je tepelná kapacita a κ je tepelná vodivosť regulovaného objektu. Kvalitná regulácia vyžaduje čo najnižšiu hodnotu relaxačného času, v opačnom prípade môže dôjsť k rozkolísaniu teploty. Tento efekt je možné dokázať teoretickým rozborom regulačného obvodu s fázovým oneskorením, v ktorom sa záporná spätná väzba zmení na kladnú a z regulačného obvodu sa stane generátor [22]. Vplyv príliš pomalej odozvy regulovanej sústavy na stabilitu regulácie je zreteľný aj pri reakcii na poruchu. Predpokladajme, že vďaka poruche sa teplota na teplomere znížila. Regulátor zachytí zväčšenie regulačnej odchýlky a začne zvyšovať ohrevný výkon, ktorý bude lokálne

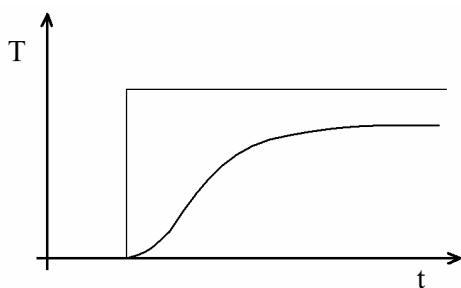
prehrievať okolie ohrievača. Kým sa tepelná energia dostane do okolia teplomera, uplynie čas porovnateľný s hodnotou relaxačného času regulovaného obvodu. Teplomer zaznamená teplotnú zmenu až po uplynutí tohto času, pričom vytvorená tepelná energia spôsobí prehriatie teplomera a jeho okolia. Následne regulátor zníži dodávaný výkon do regulovaného obvodu, takže dôjde k lokálnemu ochladeniu ohrievača a jeho okolia, čo má za následok tok tepelnej energie od teplomera smerom k ohrievaču. Teplomer však na reakciu opäť potrebuje čas porovnateľný s relaxačným časom regulovaného obvodu, takže opäť zareaguje s oneskorením a celý dej sa cyklicky opakuje. Miera stability regulovanej teploty je takto priamo ovplyvnená veľkosťou relaxačného času, po prekročení istých kritických hodnôt relaxačného času regulovanej sústavy a zosilnenia regulátora sa regulačný obvod rozkmitá. Keďže integrálna tepelná vodivosť nezávisí iba od zvoleného materiálu, ale aj od geometrického faktora, je možné znížiť relaxačný čas umiestnením ohrievača a teplomera do tesnej blízkosti. Na druhej strane, presné meranie teploty skúmanej látky si vyžaduje, aby teplomer bol aj k nej čo možno najbližšie. Pokiaľ usporiadanie komponentov v experimente neumožňuje aby ohrievač pre teplotnú stabilizáciu bol v tesnom kontakte so skúmanou vzorkou, je možné pre meranie resp. stabilizáciu teploty použiť dvojicu teplomerov. Pre stabilitu teplotnej regulácie je podstatná aj tepelná kapacita regulovanej sústavy. Pokiaľ je príliš malá, aj malá zmena ohrevného výkonu spôsobí výraznú zmenu teploty. Pokiaľ v experimentálnom usporiadaní nastane spomenutý efekt, je vhodné ho upraviť pridaním primeraného množstva materiálu s vhodnou tepelnou kapacitou a tepelnou vodivosťou. Ďalším faktorom, ktorý musíme mať na zreteli sú teplotné závislosti tepelnej kapacity, tepelnej vodivosti, tepelného odporu a ohrevného resp. chladiaceho výkonu zariadenia, ktoré teplotu pre experiment vytvára a udržiava. Napríklad tepelná kapacita medi, ktorá sa často používa ako konštrukčný materiál v zostavách pracujúcich pri teplotách nižších ako je izbová teplota, sa v teplotnom intervale 10 K až 100 K zmení o tri rády. Následkom teplotných zmien uvedených veličín budú teplotne závislé aj nastavované parametre regulátora, predovšetkým ohrevný výkon a parametre pre jednotlivé typy regulačných členov: proporcionálny, integračný a derivačný. V uzavretej regulačnej slučke je výsledný ohrevný resp. ochladzovací výkon P_V v závislosti od regulačnej odchýlky e daný príspevkom pochádzajúcim od všetkých spomenutých členov

$$P_V = Pe + I \int e(t) dt + D \frac{de}{dt}, \quad (1.20)$$

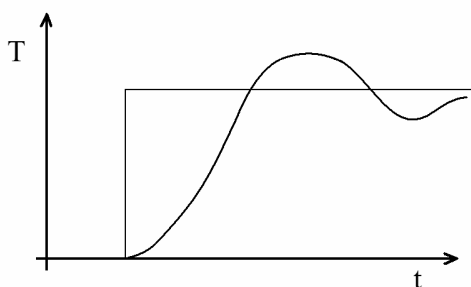
kde konštanty P , I , D udávajú váhu proporcionálneho, integračného a derivačného člena. Proporcionálny regulačný člen nastavuje výstupný výkon priamo úmerne regulačnej odchýlke, kde P

predstavuje zisk. Zdôraznime, že použitím výhradne proporcionálneho regulačného nie je možné trvalo dosiahnuť stav s nulovou regulačnou odchýlkou, nakoľko vtedy je výkon generovaný regulátorom nulový. Presné určenie hodnoty konštanty P výpočtom vyžaduje detailnú znalosť vlastností regulovaného obvodu a v praxi sa využíva iba zriedka, častejšie sa zisk proporcionálneho regulačného obvodu nastavuje empiricky. Integračný člen nastavuje výstupný výkon podľa časového vývoja regulačnej odchýlky, jeho pridaním k proporcionálnemu členu možno trvale vynulovať regulačnú odchýlku. V stave keď je regulačná odchýlka nulová, je výkon generovaný integračným regulačným členom rovný práve výkonu potrebnému na udržanie tohto stavu. Po zmene požadovanej teploty integračný regulačný člen pri prechode do nového ustáleného stavu vykazuje tlmené oscilácie, kde miera útlmu a perióda oscilácií závisia od charakteristického relaxačného času regulovaného obvodu a hodnoty konštanty I . Zaradenie integračného regulačného člena umožňuje nielen stabilizovať požadovanú hodnotu teploty, taktiež je výhodné z hľadiska potlačenia šumu, nakoľko pre veľkosť výstupného výkonu je určujúca stredná a nie okamžitá hodnota regulačnej odchýlky. Pre potlačenie spomenutých tlmených oscilácií je vhodné, aby regulátor obsahoval aj derivačný regulačný člen, ktorý nastavuje výstupný výkon podľa miery časovej zmeny regulačnej odchýlky. Zaradenie tohto člena je výhodné v situáciách, kedy sa nastavená teplota rýchlo mení. Nevýhodou derivačného regulačného člena je jeho citlivosť na náhle zmeny signálu, ktorá môže viesť k destabilizácii nastavenej teploty. Veľkosť konštanty D sa obvykle nastavuje tak, aby bola porovnateľná s relaxačným časom regulovaného obvodu. Vo všeobecnom prípade obsahuje regulátor všetky tri regulačné členy a vzniká otázka ako nastaviť optimálne hodnoty parametrov P , I , D . V ďalšej časti uvedieme hlavné zásady postupu pri empirickom nastavení jednotlivých parametrov.

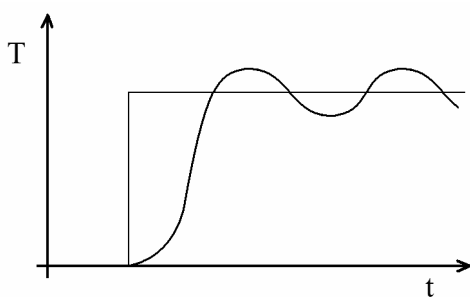
Je výhodné začať nastavovanie parametrov približne v strede teplotného intervalu a odhadnúť veľkosť potrebného výkonu na udržanie teploty. Po odhade potrebného výkonu je možné nastaviť na regulátore výkonový rozsah tak, aby výkon potrebný na udržanie teploty predstavoval približne 50 % z maximálneho výkonu na danom rozsahu. V prvom kroku nastavíme P parameter pre proporcionálny regulačný člen, ostatné dva členy nebudú aktívne. Je vhodné postupovať od malých hodnôt P parametra a tieto postupne zvyšovať. Môžeme očakávať, že s narastajúcou hodnotou P parametra bude narastať presnosť regulácie, avšak bude sa zhoršovať jej stabilita. Na obr. 1. 19a, b, c sú uvedené odozvy regulátora iba s proporcionálnym regulačným členom na skokovú zmenu teploty pre malú, optimálnu a príliš veľkú hodnotu P parametra. V prípade optimálnej hodnoty P



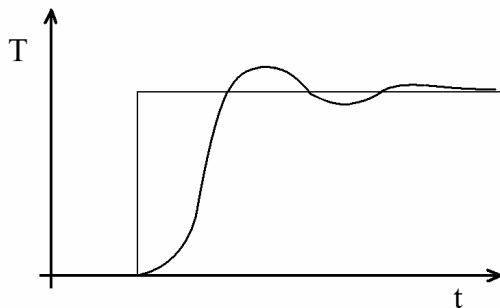
Obr. 1.19a Odozva P regulátora s príliš malou hodnotou konštanty P .



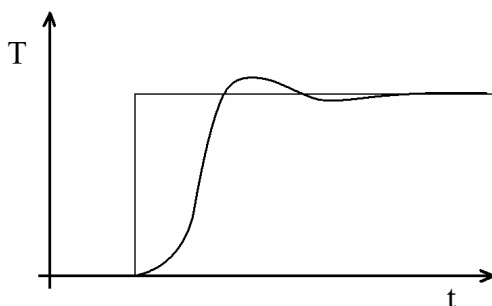
Obr. 1.19b Odozva P regulátora s optimálnou hodnotou konštanty P .



Obr. 1.19c Odozva P regulátora s príliš veľkou hodnotou konštanty P .



Obr. 1.19d Odozva *PI* regulátora.



Obr. 1.19e Odozva *PID* regulátora.

parametra môže po skokovej zmene teploty dôjsť ku vzniku oscilácií, tieto však musia byť tlmené. Miera útlmu týchto oscilácií závisí od relaxačného času regulovaného obvodu a veľkosti P parametra. Po nájdení optimálnej hodnoty P parametra aktivujeme aj integračný regulačný člen, čím dostávame proporcionálno- integračný (*PI*) regulátor. Opäť začíname s nízkymi hodnotami parametra I , ktoré postupne zvyšujeme, kým nedosiahneme po skokovej zmene teploty stav s trvale nulovou regulačnou odchýlkou, obr. 1.19d. Pokiaľ dôjde v regulačnom obvode ku vzniku netlmených oscilácií, je nutné, na rozdiel od proporcionálneho regulačného člena, hodnotu I parametra zvyšovať, čím sa predĺži čas potrebný na ustálenie, ale súčasne sa zlepši stabilita regulácie. Pokiaľ je potrebné tlmiť oscilácie vznikajúce pri zmene teploty regulovaného obvodu, môžeme zaradiť aj derivačný regulačný člen, dostaneme tak proporcionálno-integračný-derivačný (*PID*) regulátor. Postupne zvyšujeme hodnotu D parametra a sledujeme odozvu na skokovú zmenu teploty. S narastajúcou hodnotou D parametra bude rásť miera útlmu oscilácií, obr. 1.19e, avšak súčasne sa bude zvyšovať citlivosť regulačného obvodu na šumový signál. Keďže, ako už bolo uvedené, vlastnosti regulovaného

obvodu sú výrazne teplotne závislé, je vhodné hľadať optimálnu sadu parametrov P , I , D pre niekoľko rôznych teplôt v danom teplotnom rozsahu, pretože možno očakávať, že aj optimálne hodnoty parametrov P , I , D budú teplotne závislé [23].

2. Získavanie a meranie nízkych tlakov

V mnohých typoch fyzikálnych experimentov je nutné, aby sa experimentálne usporiadanie nachádzalo pri tlaku podstatne nižšom než je atmosférický tlak. Splnením tejto podmienky sa sledujú dva hlavné ciele :

1. Umožnenie voľného pohybu častíc v experimentálnej komore zväčšením ich strednej voľnej dráhy, čo ponúka možnosť kontroly ich trajektórie napr. pomocou magnetického poľa.

2. Potlačenie nežiaducich procesov, ktoré by rozhodujúcim spôsobom ovplyvnili skúmané povrchové, alebo objemové deje.

Zabezpečenie uvedených experimentálnych podmienok sa rieši pomocou vákuových technológií, ktoré zahŕňajú technické prostriedky na vytvorenie a udržanie dostatočne nízkeho tlaku pre daný experiment a určenie hodnoty tlaku, poskytujú technologické postupy pre konštrukciu meracích aparátov, v ktorých je možné potrebný tlak udržať a taktiež ponúkajú metódy detekcie netesností vo vákuových systémoch. V ďalších častiach sa oboznámime so základnými charakteristikami vákuových systémov, s metódami získavania a merania nízkych tlakov a prietoku plynov, ako aj s vybranými metódami detekcie netesností vo vákuových systémoch.

2.1 Čerpanie plynu z uzavretého priestoru.

Ak uvážime dva uzavreté objemy s rôznymi tlakmi a tieto objemy spojíme, dôjde k prúdeniu plynu z oblasti s vyšším tlakom do oblasti s nižším tlakom. Prúdenie plynu bude ovplyvnené veľkosťou rozdielu tlakov, teplotou a charakteristickými geometrickými rozmermi zostavy. Pri štúdiu prúdenia plynu je vhodné zaviesť veličinu I vyjadrujúcu množstvo plynu Q_M prechádzajúce za jednotku času určitým prierezom

$$I = \frac{dQ_M}{dt} = p \left(\frac{dV}{dt} \right)_p. \quad (2.1)$$

Túto veličinu nazývame prúd plynu a vyjadrujeme ju v jednotkách $\text{Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ [24]. Prúd plynu je možné charakterizovať aj pomocou počtu molekúl n , ktoré prejdú daným prierezom za jednotku času pri danom tlaku. Ak je hmotnosť jednej molekuly m_0 , potom hmotnosť týchto molekúl je $m = m_0 n$. Využitím stavovej rovnice ideálneho plynu dostaneme vzťah

$$V = k_B \frac{m}{m_0} \frac{T}{p}, \quad (2.2)$$

kde k_B označuje Boltzmannovu konštantu, následne

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_p = k_B \frac{T}{p} \frac{1}{m_0} \frac{dm}{dt} = k_B \frac{T}{p} n \quad (2.3)$$

Zo vzťahov (2.1) a (2.3) ľahko nájdeme vzťah medzi veličinami I a n

$$I = p \left(\frac{dV}{dt}\right)_p = k_B T n \quad (2.4)$$

Veličina $(dV/dt)_p = S$ udáva objem plynu, ktorý prechádza daným prierezom za jednotku času. Nazýva sa tok plynu, alebo čerpacia rýchlosť a udáva sa v cm^3s^{-1} alebo v m^3h^{-1} . Tok plynu vyjadruje množstvo plynu v danom objeme, ktoré prechádza cez danú plochu za jednotku času pri konštantnom tlaku. Čerpacia rýchlosť je jednou zo základných charakteristík každého zariadenia vytvárajúceho nízky tlak. Je zrejmé, že čerpacia rýchlosť súvisí s prúdom plynu a tlakom nasledovne $I = Sp$.

Môžeme si položiť otázku, ako sa bude meniť v čase tlak plynu v uzavretej nádobe, ak táto bude pripojená na čerpadlo, ktoré bude mať konštantnú čerpaciu rýchlosť. Na prvý pohľad by sme mohli očakávať lineárny pokles tlaku s časom. Aby v systéme s objemom V nastala zmena tlaku dp , musí byť z neho odčerpané množstvo plynu dQ_M , pričom

$$dQ_M = V dp . \quad (2.5)$$

Za čas dt v čerpanom objeme prúd plynu vyvolá nasledovný časový pokles tlaku

$$I = \frac{dQ_M}{dt} = V \left(\frac{dp}{dt}\right)_V . \quad (2.6)$$

S uvážením vzťahov (2.4) a (2.6) môžeme uviesť

$$V \left(\frac{dp}{dt}\right)_V = p \left(\frac{dV}{dt}\right)_p = pS , \quad (2.7)$$

takže

$$\frac{dp}{dt} = \frac{S}{V} p , \text{ resp. } \frac{dp}{p} = \frac{S}{V} dt . \quad (2.8a, 2.8b)$$

Keďže čerpaciu rýchlosť S považujeme za konštantnú, môžeme rovnicu (2.8b) integrovať

$$\ln p = \frac{S}{V}t + konst, \quad (2.9)$$

čo po jednoduchej úprave vedie na hľadajú časovú závislosť tlaku

$$p = p_0 \exp\left(\frac{S}{V}t\right). \quad (2.10)$$

Zdôraznime, že pri čerpaní uzavretého objemu je veličina S záporná, keďže v čerpanom objeme plynu ubúda. V situácii, keď čerpáme plyn z uzavretého objemu čerpadlom s konštantnou čerpacou rýchlosťou, bude tlak plynu v čerpanom objeme exponenciálne klesať.

Ďalšou veličinou ktorú zavedieme, je vákuová vodivosť G_V . Ak máme plyn, ktorý vo vákuovom systéme prúdi vďaka rozdielnym tlakom p_1 a p_2 v rôznych miestach systému, bude pomer prúdu plynu I a tlakového rozdielu $p_2 - p_1$ konštantný, stotožníme ho práve s veličinou G_V

$$G_V = \frac{I}{p_2 - p_1}. \quad (2.11)$$

Jednotkou vákuovej vodivosti je cm^3s^{-1} , resp. m^3h^{-1} , sú to tie isté jednotky, v akých sa vyjadruje čerpacia rýchlosť. Vskutku, ak položíme $p_1 = 0$, potom je $G_V = I/p_2$ a s prihliadnutím k vzťahu (2.4), platí $G_V = S$. Získaný výsledok ukazuje, že vo vákuovom systéme, ktorý má na jednom mieste nulový tlak a na druhom mieste tlak p_2 , je čerpacia rýchlosť rovná práve jeho vákuovej vodivosti. Načrtnutá úvaha nám ponúka analógiu medzi prúdením plynu a prúdom elektrických nábojov. Medzi množstvom plynu Q_M , prúdom plynu I a tlakovým rozdielom p_2 a p_1 existujú obdobné vzťahy ako medzi elektrickým nábojom Q , elektrickým prúdom i a rozdielom napätí U_1 a U_2 . Na vzťah (2.11) môžeme teda nazerať ako na obdobu Ohmovho zákona.

Pri čerpaní plynu z uzatvorenej nádoby dochádza k exponenciálnemu poklesu tlaku, takže teoreticky po nekonečne dlhom čerpaní by mal byť v čerpanom objeme nulový tlak. V skutočnosti sa však tlak v čerpanom objeme bude limitne blížiť k nenulovej hodnote, ktorú nazývame medzný tlak p_∞ . Medzný tlak je dôsledok reálnych charakteristík čerpaného objemu, v ktorom sa nachádzajú rôzne zdroje plynov, ako aj netesnosti. Ak spomenuté zdroje plynov a netesnosti spôsobujú tok plynu I_∞ , potom pre danú čerpaciu rýchlosť S je medzný tlak určený vzťahom $p_\infty = I_\infty/S$. Následne, rovnica (2.10) charakterizujúca časovú závislosť tlaku v čerpanom objeme prejde na tvar

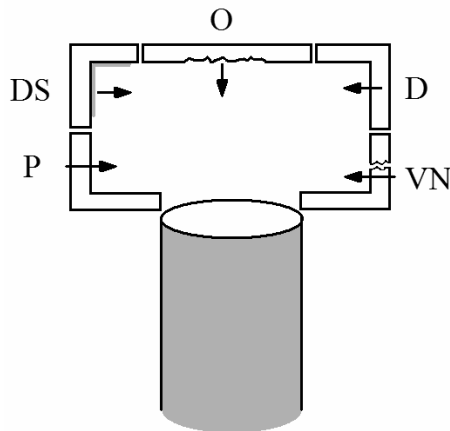
$$p(t) = p_{\infty} + p_0 \exp\left(\frac{S}{V} t\right), \quad (2.12)$$

z ktorého je vidieť exponenciálny pokles tlaku plynu limitne sa blížiaceho k hodnote medzného tlaku. Na medzný tlak môžeme nazerať aj ako na tlakovú závislosť čerpacej rýchlosti

$$S(p) = S\left(1 - \frac{p_{\infty}}{p}\right), \quad (2.13)$$

pri vysokých tlakoch ($p \gg p_{\infty}$) je $S(p)$ konštantná, avšak s poklesom tlaku dochádza k poklesu čerpacej rýchlosti, až pri tlakoch porovnateľných s medzným tlakom sa čerpacia rýchlosť limitne blíži k nulovej hodnote.

Doposiaľ sme uvažovali idealizovanú situáciu, kedy uzavretý objem bol čerpaný konštantnou rýchlosťou, pričom do čerpaného objemu prichádzal tok plynu I_{∞} bližšie nešpecifikovaným procesom. V nasledujúcej časti sa budeme venovať diskusii procesov prítomných v čerpanom objeme, na rozhraní čerpaného objemu a obalu, ktorý ho uzatvára. Tieto procesy povedú k podstatne komplikovanejšej časovej závislosti tlaku než je popísaná vzťahom (2.12). Uzavretý čerpaný objem je schematicky znázornený na obr. 2.1., pričom na každom fragmente obalu je znázornený jeden fyzikálny proces. V ďalšej časti si postupne priblížime jednotlivé fyzikálne procesy prispievajúce k nenulovému medznému tlaku. Najtriviálnejším zdrojom plynu v čerpanom priestore je vákuová netesnosť (VN). Metódami detekcie vákuových netesností sa budeme zaoberať neskôr. Vyparovanie (O)



Obr. 2.1. Znázornenie procesov pri čerpaní plynu z uzavretého objemu

je proces kedy molekuly opúšťajú povrch pevnej látky alebo kvapaliny a prechádzajú do plynnej fázy nad povrchom. Pokiaľ je tlak nad povrchom rovný tlaku nasýtených pár, bude počet molekúl, ktoré prešli do plynnej fázy z povrchu rovnaký ako počet molekúl, ktoré sa z plynnej fázy dostanú na povrch. Ak znížime tlak nad povrchom, tento rovnovážny stav sa poruší a dôjde k ustálenému toku molekúl z povrchu do čerpaného objemu. Je možné ukázať, že prúd plynu z povrchu bude závisieť od veľkosti povrchu A , hodnoty tlaku p , hmotnosti molekúl m a teploty T podľa vzťahu [25]

$$I_V = 2.63 \cdot 10^{23} \frac{pA}{\sqrt{mT}}. \quad (2.14)$$

Uvedený vzťah platí za predpokladu, že teploty povrchu a plynu nad povrchom sú rovnaké. Tepelná desorpcia (DS) predstavuje tepelne stimulované uvoľnenie molekúl plynu z povrchu, ktoré na ňom boli adsorbované. Ku absorpcii môže dôjsť pokiaľ sú vnútorné steny vákuového systému vystavené atmosférickému tlaku. Plyn môže byť zachytený na povrchu dvoma mechanizmami, fyzikálnou alebo chemickou adsorpciou. Pri fyzikálnej absorpcii je plyn zachytený na povrchu van der Waalsovými silami s väzbovou energiou do 40 MJ/kg.mol. Uvedená hodnota energie nie je vysoká, takže častice zachytené na povrchu fyzikálnou absorpciou sú z povrchu odstránené rýchlo a pri dlhšom čerpaní neprispievajú k medznému tlaku. Energia pri chemickej adsorpcii je podstatne vyššia, takže častice plynu sú uvoľňované pomalšie. Uvoľňovanie molekúl plynu je možné urýchliť bombardovaním povrchu fotónmi, alebo inými časticami, dôležitú úlohu zohráva aj teplota. Ďalším dôležitým faktorom je možnosť disociácie molekúl plynu na povrchu. Ak k disociácii nedochádza, miera desorpcie je priamo úmerná koncentrácii C molekúl plynu na povrchu. V tejto situácii hovoríme o desorpcii prvého rádu, časová závislosť koncentrácie desorbovaného plynu je daná vzťahom

$$\left(\frac{dC(t)}{dt} \right) = -K_1 C(t), \quad (2.15)$$

konštanta K_1 určujúca mieru desorpcie je daná väzbovou energiou E_v a teplotou. Jej prevrátená hodnota charakterizuje čas, ktorý molekula plynu zotrvá na povrchu. Pre veľkosť K_1 platí

$$K_1 = K_0 \exp\left(-\frac{E_v}{k_B T}\right), \quad (2.16)$$

kde konštanta K_0 vyjadruje mieru desorpcie pri nekonečne vysokej teplote. Riešenie rovnice (2.15) vedie na

$$C(t) = C_0 \exp(-K_1 t). \quad (2.17)$$

Z priebehu získanej závislosti $C(t)$ je okamžite jasné, že desorpcia prvého druhu je extrémne citlivá na teplotu pri ktorej prebieha. Túto skutočnosť možno doložiť uvedením vybraných hodnôt času zotrvania molekuly vody na kovovom povrchu. Pri teplote 300 K má tento čas hodnotu 10^5 s, ale pri teplote 750 K je jeho hodnota o päť rádov menšia [25]. Uvedené porovnanie ukazuje, že urýchliť uvoľňovanie plynu z vnútorných povrchov vákuovej zostavy je možné jednoducho jej vyhriatím. Tento prístup sa vskutku často používa vo vysokovákuových aparátúrach, pokiaľ chceme vnútorný povrch zbaviť vody, ktorá z hľadiska desorpcie predstavuje najproblematickejšiu látku, nakoľko je vo vzduchu bohato zastúpená a na povrchu kovov dlho zotrúva. Ďalšou problematickou látkou je vodík, ktorého hodnota konštanty K_1 je podstatne menšia ako pre vodu, takže pre jeho účinnú desorpciu je nutné vákuovú aparatúru vyhriať na vyššie teploty ako pri desorpcii vody.

Iným typom desorpcie je desorpcia druhého druhu, kedy dochádza k disociácii molekúl na povrchu. Príkladom je adsorpcia vodíka na ocelovom povrchu, kde dochádza k disociácii molekuly vodíka na dva vodíkové atómy. Pred desorpciou musia oba atómy rekombinovať. Miera rekombinácie závisí od koncentrácie oboch rekombinujúcich atómov a bude daná vzťahom

$$\left(\frac{dC(t)}{dt}\right) = -K_2 [C(t)]^2. \quad (2.18)$$

Riešenie rovnice (2.18) vedie na závislosť typu

$$\left(\frac{dC(t)}{dt}\right) = \frac{-K_2 C_0^2}{(1 + C_0 K_2 t)^2}, \quad (2.19)$$

z ktorej je vidieť, že čas potrebný na odčerpanie plynu pri desorpcii druhého druhu je dlhší ako pre desorpciu prvého druhu, nakoľko pri desorpcii druhého druhu je časová závislosť koncentrácie úmerná $1/t^2$ [26]. Konštanta K_2 má rovnakú závislosť na väzbovej energii a teplote ako konštanta K_1 , takže desorpciu druhého druhu možno výrazne urýchliť primeraným zvýšením teploty.

Ďalším procesom je difúzia (D), ktorá prebieha v stenách konštrukčných prvkov tvoriacich vákuovú aparatúru. Ide vlastne o prenos molekúl plynu v stenách s následnou desorpciou do čerpaného objemu. Keďže difúzia je proces oveľa pomalší ako desorpcia, pri štúdiu časovej závislosti zmeny koncentrácie plynu spôsobenej difúziou, možno desorpciu považovať za okamžitý proces. Na difúziu možno nazerať ako na tok plynu v tuhej látke vyvolaný gradientom koncentrácie plynu. Všeobecné riešenie je možné získať

z tzv. difúznej rovnice [27]. Pre zjednodušenie uveďme riešenie difúznej rovnice v dvoch limitných prípadoch. V limite krátkych časov ($t \rightarrow 0$) koncentračný nárast plynu v objeme spôsobený difúziou daný vzťahom

$$\left(\frac{dC(t)}{dt}\right) = C_0 \sqrt{\frac{D}{t}}, \quad (2.20)$$

Zatiaľ čo v priblížení dlhých časových intervalov ($t \rightarrow \infty$) je časová závislosť nárastu koncentrácie plynu nasledovná

$$\left(\frac{dC(t)}{dt}\right) = \frac{2DC_0}{d} \exp\left(-\frac{\pi^2 Dt}{2d^2}\right). \quad (2.21)$$

Vo vzťahoch (2.20) a (2.21) predstavuje D difúzna konštantu, ktorá sa udáva v m^2/s a d je hrúbka steny. V praktickej situácii je nárast koncentrácie plynu v čerpanom objeme spôsobený difúziou na začiatku úmerný $t^{-1/2}$ podľa vzťahu (2.20), vtedy je do čerpaného objemu uvoľňovaný plyn nachádzajúci tesne pod povrchom. Po dlhom čase, keď sa v stene vytvorí výrazný koncentračný gradient, časová závislosť nárastu koncentrácie prechádza na tvar e^{-t} , podľa vzťahu (2.21). Je možné ukázať, že prechod medzi uvedenými časovými závislosťami nastane približne v čase $t = d^2/6D$. Je potrebné zdôrazniť, že difúzna konštantu je výraznou funkciou teploty

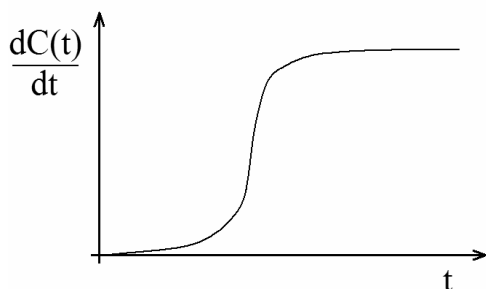
$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_D}{k_B T}\right), \quad (2.22)$$

kde E_D predstavuje energetickú bariéru, ktorú difundujúci plyn musí prekonať mechanizmom tepelnej aktivácie. Zo vzťahu (2.22) je zrejmé, že aj mierne zvýšenie teploty spôsobí výrazný nárast difúznej konštanty. Dá sa ukázať, že v dôsledku nárastu teploty z hodnoty T_1 na hodnotu T_2 sa zvýši tlak v čerpanom objeme nasledovne

$$p(T_2) = p(T_1) \frac{D(T_2)}{D(T_1)}. \quad (2.23)$$

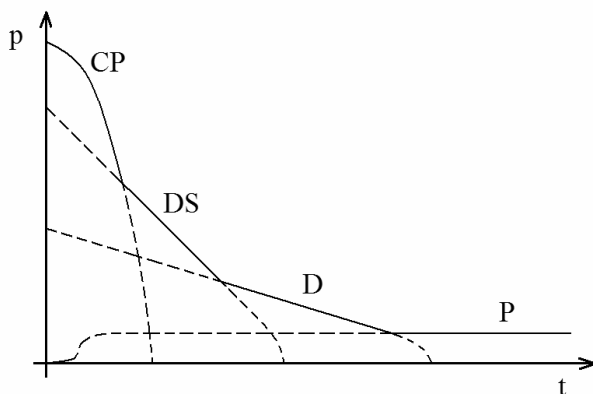
Následkom vyššej hodnoty D dôjde k intenzívnejšiemu prechodu plynu z častí steny tesne pod povrchom do čerpaného priestoru a tým aj k rýchlejšiemu vytvoreniu koncentračného gradientu plynu v stene. Obdobne, skráti sa čas, kedy dochádza k zmene typu časovej závislosti nárastu koncentrácie a následne aj čas potrebný na odsatie plynu, ktorý sa vďaka difúzii dostal do čerpaného objemu. Vyhriate vákuovej aparatúry teda skraca vyčerpanie plynu, ktorý sa do čerpaného objemu dostal vďaka desorpcii a aj difúzii.

Ak uvážime postupnosť trojice procesov a to adsorpcie plynu na vonkajších stenách vákuovej aparatúry, difúziu plynu cez steny a následnú desorpciu z vnútorných stien, dostaneme proces nazývaný permeácia (P), ktorý pri dostatočne dlhom čerpaní určuje výsledný prúd plynu v čerpanom objeme. Časová závislosť nárastu koncentrácie plynu pri permeácii je schematicky znázornená na obr. 2.2. Ak je na začiatku konštrukčný prvok zbavený plynu napr.



Obr. 2.2 Časová závislosť koncentrácie plynu pri permeácii

vyhriatím, potom sa permeácia prejaví až po určitom čase, kedy plyn zvonku prenikne cez stenu a začína desorbovať. Postupne ako sa vytvára v stene koncentračný gradient, miera nárastu koncentrácie plynu v čerpanom priestore sa zvyšuje, až sa ustáli na konštantnej hodnote, keď sa v systéme nastaví rovnovážny stav medzi počtom častíc prichádzajúcich na povrch prostredníctvom difúzie a počtom častíc desorbovaných do priestoru nad povrchom [28]. V prípade dvojatómových molekúl je proces zložitejší, keďže tieto po adsorpcii na vonkajšom povrchu disociujú. Miera permeácie je priamo úmerná koeficientu difúzie, pričom samotná permeácia je najpodstatnejšia pre molekuly malých rozmerov, ktoré do stien ľahšie prenikajú, napr. vodík, hélium.



Obr. 2.3 Časová závislosť tlaku plynu pri čerpaní uzavretého objemu

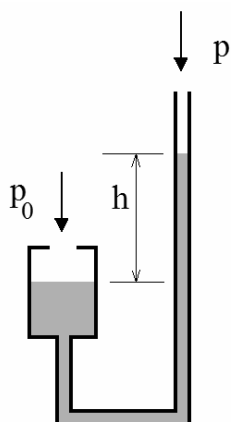
Ak uvážime všetky zmienené procesy, môžeme sa zaoberať časovou závislosťou tlaku pri čerpaní uzavretého objemu [25], schematicky je príslušná závislosť načrtnutá na obr. 2.3, obe osi sú v logaritmických súradniciach. Na začiatku čerpania dominuje odčerpávanie plynu (CP) nachádzajúceho sa v uzavretom objeme charakterizované exponenciálnym poklesom tlaku v čase. Tento proces je rýchly, obvykle trvá rádovo minúty prípadne hodiny, v závislosti od čerpaného objemu a čerpacej rýchlosti vákuovej pumpy. Po uplynutí príslušného času začína narastať vplyv desorpcie (DS), kedy časová závislosť tlaku je typu t^{-2} . S ďalším znižovaním tlaku sa uplatňuje difúzia (D), kedy časová závislosť tlaku je typu $t^{-1/2}$, resp. e^{-t} podľa časovej škály. Posledným procesom určujúcim medzný tlak vákuovej zostavy je permeácia (P), pri ktorej po uplynutí dostatočne dlhého času prúd plynu prenikajúceho do čerpaného objemu a následne aj tlak nadobudnú konštantnú hodnotu. Poznamenajme, že vo väčšine vákuových aparátúr sa vzhľadom k používanej dĺžke čerpania uplatňuje iba proces desorpcie. Vskutku, pre aparátúru, ktorá nebola vyhriata, sa permeácia ako rozhodujúci proces určujúci tlak v systéme môže uplatniť až po čase rádovo 10^{13} sekúnd. Konkrétny tvar závislosti načrtnutej na obr. 2.3. ako aj miera dôležitosti jednotlivých uvedených procesov závisia od realizácie danej vákuovej zostavy a aj od jej histórie. Napríklad, ak bol čerpaný objem vystavený dlhodobo na vzduchu, môže sa na jeho sklenenom alebo ocelovom povrchu usadiť až 100 monovrstiev vody, ktorých odčerpávanie si vyžiada podstatne dlhší čas ako pre povrch, ktorý bol dlhodobo udržiavaný na nízkom tlaku. V prípade použitia väčšieho počtu gumených tesniacich prvkov bude miera permeácie podstatne vyššia ako pre tesniace prvky vyrobené z medi. Rozhodujúcu úlohu pre určenie časovej škály pri čerpaní zohráva teplota, preto sa ultravákuové zostavy pred použitím vždy vyhrievajú.

2.2 Meranie nízkych tlakov.

Pri práci s vákuovými aparátúrami je tlak najčastejšie meranou veličinou. Pokiaľ je plyn v čerpanom objeme tvorený iba jednou zložkou, je celkový meraný tlak rovný parciálnemu tlaku danej zložky. V prípade viaczložkového plynu je možné špeciálnymi prístrojmi merať parciálne tlaky jednotlivých zložiek. V súčasnosti používané tlakové snímače pokrývajú širokú oblasť tlakov od 10^{-11} do 10^5 Pa, V tejto časti pojednáme o princípe činnosti a základných vlastnostiach vybraných typov tlakových snímačov.

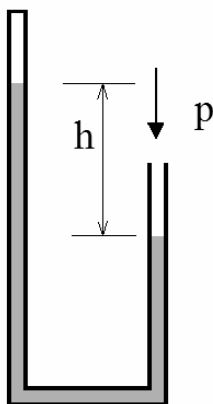
Barometrické manometre patria medzi najjednoduchšie a donedávna najrozšírenejšie typy tlakových snímačov [29]. Barometrický manometer obvykle pozostáva z dvoch zvisle uložených sklenených trubíc spojených do tvaru U, kde kratší koniec trubice je napojený na zásobník pracovnej kvapaliny, druhý koniec sa pripája

k objemu, v ktorom sa meria tlak, pozri obr. 2.4. Pokiaľ sú tlaky v oboch ramenách rovnaké, rovnaké budú aj výšky hladín v oboch



Obr. 2.4 Barometrický manometer

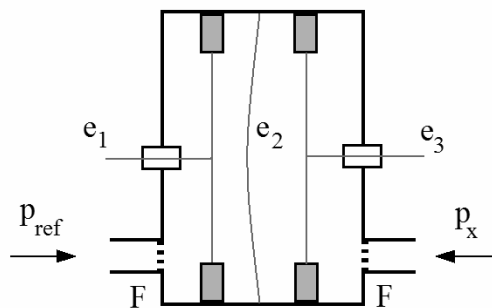
trubicách. Pri objavení sa tlakového rozdielu dôjde ku vzniku rozdielu aj vo výškach stĺpcov v trubicách, kde rozdiel výšok h stĺpcov v ramenách bude priamo úmerný rozdielu tlakov $\Delta p = p - p_0$, kde p_0 je atmosférický tlak. Zdrojom chýb pri popisovanom tlakomere sú jednak zmeny atmosférického tlaku, ktoré priamo ovplyvňujú hodnotu určovaného tlaku, jednak index lomu skla a meniskus pracovnej kvapaliny. Uvedený tlakomer sa preto pre meranie v oblasti nízkych tlakov nepoužíva, vhodnejší je tlakomer s uzavretým ramenom, obr. 2.5. Tlak v uzavretom ramene je možné považovať za nulový, takže



Obr. 2.5 Tlakomer s uzavretým ramenom

pre meraný tlak blížiaci sa k nulovej hodnote sa aj rozdiel výšok hladín bude blížiť k nule. Limitná hodnota tlaku, ktorú je možné zmerať uvedeným manometrom sa obvykle pohybuje rádovo v stovkách Pa a je daná predovšetkým chybou určenia rozdielu hladín kvapaliny. Poznamenajme, že pri veľmi presných meraniach tlakových rozdielov sa využívajú aj optické interferenčné metódy, kedy sú na hladinách kvapalín v oboch ramenách umiestnené zrkadielka. Rozdiel polohy zrkadielok sa určí interferenciou zväzkov svetla odrazených od zrkadielok. Uvedená metóda umožňuje odčítanie tlakov až do 10^{-4} Pa, použitie tohto typu tlakomerov je však obmedzené vďaka extrémnej citlivosti na mechanické vibrácie.

Ďalším typom manometrov využívajúcich zmenu polohy konštrukčného prvku sú kapacitné manometre [30]. Kapacitný manometer predstavuje kondenzátor, ktorého jedna elektróda je fixná a druhá pohyblivá pôsobením vonkajšieho tlaku. Tlakom vyvolaná zmena polohy elektródy spôsobí zmenu elektrickej kapacity, ktorá je indikovaná merným prístrojom. Keďže veľkosť elektrickej kapacity je daná aj hodnotou permitivity prostredia medzi elektródami kondenzátora, je absolútna presnosť jednoduchých kapacitných manometrov ovplyvnená aj druhom plynu, ktorého tlak meriame. Zmena rozdielu permitivity meraného plynu oproti vzduchu o 1 % spôsobí chybu pri odčítaní tlaku približne 0.5 %. Z tohto pohľadu sa javí výhodnejšie zapojenie dvojitého kapacitného manometra, ktoré je uvedené na obr. 2.6. Zapojenie obsahuje dvojicu kondenzátorov so spoločnou pohyblivou elektródou e_2 .

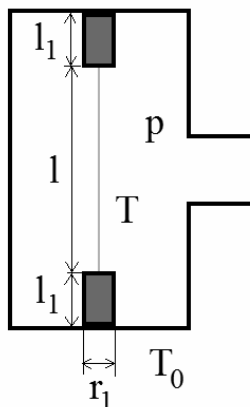


Obr. 2.6 Kapacitný manometer

Druhá elektróda e_1 , e_3 každého kondenzátora je fixovaná. Kapacitný manometer tohto typu má dva vstupy, jeden je určený pre napojenie do skúmaného priestoru, druhý vstup je referenčný s konštantnou hodnotou tlaku. Konštrukčne je manometer riešený tak, že zmena polohy pohyblivej elektródy vyvolá zmenšenie kapacity jedného kondenzátora a súčasne zväčšenie kapacity druhého kondenzátora čo vedie k zdvojnásobeniu citlivosti manometra. Keďže oba vstupy sú

pripojené na priestory s rovnakým druhom plynu, nie je nameraný údaj závislý od druhu meraného plynu. Zmena kapacít oboch kondenzátorov je obvykle meraná mostíkovou metódou, chyba merania je pre tlaky v intervale od 10^2 do 10^5 Pa rádovo desatiny percenta. Kapacitný manometer je možné použiť až do tlakov rádovo jednotiek Pa, avšak chyba merania v tejto tlakovej oblasti už dosahuje až desať percent. Veľkým problémom uvedeného typu manometra je možný prienik nečistôt do priestoru medzi elektródami. Vzhľadom k malým vzdialenostiam medzi elektródami je čistenie priestoru medzi elektródami veľmi náročné, preto sa na vstupy manometra umiestňujú filtre (F) zabráňujúce prieniku malých častíc do manometra.

Trieda manometrov založených na meraní tepelnej vodivosti plynu medzi vyhrievaným vodičom a okolím sa používa v širokej oblasti tlakov od 10^{-4} do 10^5 Pa. Pravdepodobne najpoužívanejším typom manometra z uvedenej triedy je tzv. Piraniho mierka [30], ktorá je schematicky znázornená na obr. 2.7. Mierka pozostáva z plášte



Obr. 2.7 Schéma Piraniho mierky

valcového tvaru, ktorý je pripojený na meraný priestor. Vo valci je uložený odporový vodič realizovaný vo forme tenkého platinového drôtika obvykle s priemerom $50 \mu\text{m}$ a dĺžkou 50 cm špirálovito navinutým na zažiarovej tyčinke. Vodič s tyčinkou je upevnený k valcu pomocou dvojice držiakov. Charakteristické rozmery jednotlivých komponentov sú vyznačené na obr. 2.7. Princíp činnosti Piraniho mierky je veľmi jednoduchý. Cez platinový drôtik preteká prúd, ktorý ho vyhrieva na teplotu T vyššiu ako je teplota okolia T_0 . Plyn obklopujúci tyčinku spôsobí odvod tepla do okolia, pričom tepelná vodivosť plynu závisí od jeho tlaku. V ustálenom stave bude tepelný výkon rozptýlený na drôtku rovný tepelnému výkonu odvedenému do okolia. Hodnota teploty T , na ktorej sa drôtik ustáli, bude teda tlakovo závislá. Teplotu určíme využitím teplotnej závislosti elektrického odporu drôtika, ktorú v okolí izbovej teploty môžeme považovať za

lineárnu. V skutočnosti výsledný vzťah medzi teplotou drôtika a meraným tlakom bude komplikovanejší, nakoľko teplo je odvádzané aj žiarením a taktiež vedením cez držiaky drôtika. Energetickú bilanciu v ustálenom stave môžeme preto vyjadriť nasledovne

$$P = RI^2 = P_\lambda + P_z + P_p. \quad (2.24)$$

Vo vzťahu (2.24) predstavuje P_λ výkon odvedený okolitým plynom, P_z výkon odvedený žiarením P_p výkon odvedený cez držiaky drôtika, R je odpor drôtika a I prúd, ktorý drôtikom tečie. Pre jednotlivé výkony môžeme písať

$$P_\lambda = \lambda_p p S (T - T_0), \quad S = 2\pi r l \quad (2.25a)$$

$$P_z = \sigma_r S (T^4 - T_0^4) \quad (2.25b)$$

$$P_p = \lambda_v \frac{2\pi r^2}{l_1} (T - T_0), \quad (2.25c)$$

kde $\lambda_{p,v}$ predstavuje mernú tepelnú vodivosť plynu resp. držiakov, σ_r je súčiniteľ žiarenia absolútne čierneho telesa, r je polomer drôtika. Je zrejmé, že výkony P_z a P_p obmedzujú rozsah použitia snímača, pokiaľ $P_\lambda \ll P_z$ resp. P_p . Pokiaľ výrazne nezvýšime teplotu vlákna, tj. bude platiť $T - T_0 \ll T_0$, môžeme využiť nasledovné priblíženie

$$T^4 - T_0^4 \cong 4T_m^3 (T - T_0). \quad (2.26)$$

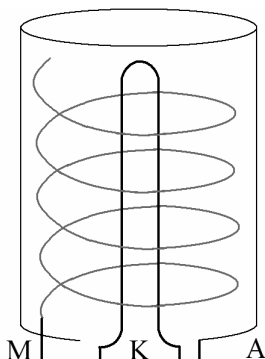
Následne, zo vzťahu (2.24) vyjadríme tlak p s použitím vzťahov (2.25a,b,c) pre jednotlivé výkony a priblíženie (2.26)

$$p = \frac{P}{2\lambda_p S (T - T_0)} - \lambda_v \frac{2\pi r^2}{l_1} \frac{1}{\lambda_p S} - \frac{4T_m^3 \sigma_r}{\lambda_v}. \quad (2.27)$$

Zo vzťahu (2.27) je vidieť, že pokiaľ je druhý a tretí člen na pravej strane malý, je tlak nepriamo úmerný teplote a teda elektrickému odporu drôtika. V oblasti nízkych tlakov však dôjde k vytvoreniu výraznejšieho teplotného rozdielu $T - T_0$, takže dominantná časť vytvoreného tepelného výkonu bude prenášaná vedením cez držiaky a žiarením, čo vedie na výrazné zníženie citlivosti mierky. V praxi sa Piraniho mierka používa v tlakovom rozsahu od 0.1 Pa do 10^5 Pa, pričom chyba merania tlaku môže dosiahnuť až 20 %, čo je však vo väčšine praktických aplikácií postačujúce.

Pre oblasť tlakov nižších ako 10^{-3} Pa nie je vhodný žiaden z doposiaľ uvažovaných typov manometrov. Manometre pracujúce pri tlakoch nižších ako 10^{-3} Pa využívajú ionizáciu molekúl plynu a následné zachytávanie iónov plynu z čoho je možné určiť hustotu častíc plynu. Tieto tzv. ionizačné mierky merajú tlak nepriamo, získaný údaj je

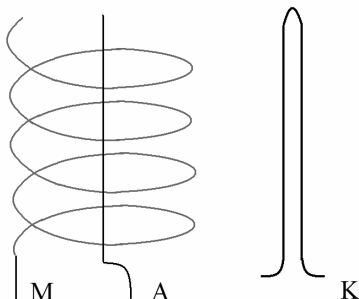
úmerný tlaku iba ak je teplota v čerpanom priestore konštantná [31]. Ionizačná mierka so žeravenou katódou môže využívať usporiadanie vákuovej triódy, schematicky je znázornená na obr. 2.8.



Obr. 2.8 Ionizačná vákuová mierka

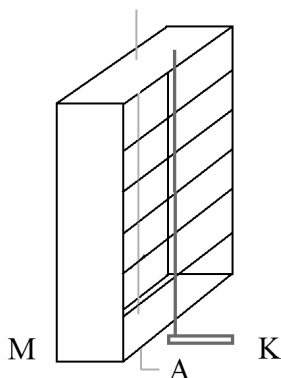
Žeravená katóda (K) je udržiavaná na nízkom napätí, napätie na mriežke (M) dosahuje približne +150 V, zatiaľ čo napätie na anóde (A) je - 30 V. Elektróny emitované žeravenou katódou sú urýchľované mriežkou. Po získaní dostatočne veľkej energie tieto elektróny môžu ionizovať molekuly plynu nachádzajúce sa v priestore medzi katódou a anódou. Pri ionizácii vznikajú kladne nabité ióny plynu, ktoré sú priťahované záporným napätím anódy. Veľkosť anódového prúdu je priamo úmerná koncentrácii iónov, ktorá je pri konštantnej teplote priamo úmerná tlaku. Zdôraznime, že k anódovému prúdu elektróny neprispievajú, nakoľko sú anódou odpudzované. Elektróny sú však priťahované mriežkou, kde po ich dopade vzniká mäkké röntgenovské žiarenie. Pri dopade fotónov na katódu dôjde k fotoelektrickému javu, pričom uvoľnené elektróny, ktoré sa objavia v anóde prispievajú k anódovému prúdu. Jednotlivé príspevky anódového prúdu nie je možné od seba odlíšiť, čo spôsobuje chybu merania, ktorá sa s klesajúcim tlakom zvyšuje. Vďaka uvedenému zdroju chyby je ionizačná mierka so žeravenou katódou prakticky použiteľná do tlakov 10^{-6} Pa. Rozšírenie tlakového rozsahu pre meranie smerom k nižším tlakom si vyžaduje zásah do usporiadania mierky znižujúci vplyv röntgenovského žiarenia, ktoré sa v mierke tohto typu musí objaviť. Modifikáciu ionizačnej mierky so žeravenou katódou predstavuje Bayard – Alpertova mierka, ktorá je schematicky znázornená na obr. 2.9. V tomto type mierky žeravená katóda (K) nie je umiestnená v osi mriežky (M), ale excentricky. Na druhej strane do osi mriežky je umiestnená anóda (A), ktorá má tvar veľmi tenkého valca. Bayard – Alpertova mierka pracuje rovnako ako bežná ionizačná mierka so žeravenou katódou, avšak vďaka podstatne menšej ploche anódy bude aj efekt röntgenovského

žiarenia výrazne menší. Vskutku, Bayard – Alpertova mierka je prakticky použiteľná až do tlakov 10^{-8} Pa, horná hranica tlaku je približne 10^{-2} Pa. Rozšírenie hornej hranice tlaku naráža na problém malej strednej voľnej dráhy iónov, ktoré sa rozptyľujú predtým, než



Obr. 2.9 Bayard – Alpertova mierka

dosiahnu kolektor. Riešením je skrátenie vzdialenosti medzi katódou a anódou. Usporiadanie upravené uvedeným spôsobom sa využíva v Schultz – Phelpsovej mierke [25] zobrazenej na obr. 2. 10. Žeravená katóda (K) má tvar vlákna a je udržiavaná na napätí +45 V. Anóda (A), taktiež v tvare vlákna, je uzemnená. Medzi katódou

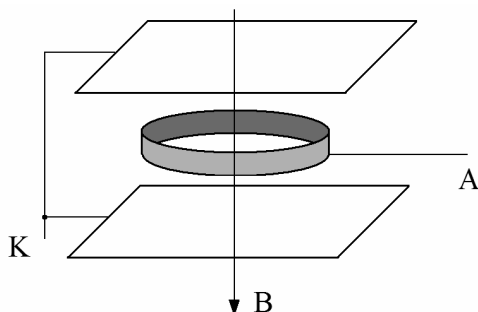


Obr. 2.10. Schultz – Phelpsova mierka

a anódou sa nachádza mriežka, ktorej napätie je +175 V. Krátka vzdialenosť medzi katódou a anódou umožňuje použitie Schultz – Phelpsovu mierku aj pri vyšších tlakoch. Na druhej strane menšia vzdialenosť medzi elektródami znižuje aj pravdepodobnosť ionizácie čo má za následok zníženie citlivosti mierky. Schultz – Phelpsova

mierka je prakticky použiteľná v tlakovom rozsahu od 10^{-4} Pa do 100 Pa, dolná hranica tlaku je opäť limitovaná röntgenovským žiarením.

Mierka so studenou katódou, tzv. Penningova mierka, predstavuje alternatívu k mierkam so žeravenou katódou [31]. Penningova mierka využíva zakrivenie nabitých častíc v magnetickom poli, čo vedie k predĺženiu trajektórie elektrónov a následne k zvýšeniu pravdepodobnosti ionizácie a tým aj citlivosti mierky. Schematické usporiadanie častí Penningovej mierky je uvedené na obr. 2.11. Medzi dvoma rovinnými katódami (K) je umiestnená anóda (A) v tvare prstenca. Elektrody sú umiestnené v magnetickom poli $B \approx 0.1$ - 0.2 T



Obr. 2.11 Penningova mierka

orientovanom rovnobežne s osou zostavy. Medzi anódou a katódami je napätie rádovo jednotky kV. Vďaka pôsobeniu elektrického a magnetického poľa sa elektróny pohybujú po špirálovitej dráhe, kým nie sú zachytené anódou. Čas preletu elektrónov medzi katódou a anódou je ovplyvnený množstvom zrážok s molekulami plynu, ktoré závisí od hustoty počtu molekúl plynu. Uvedené usporiadanie výrazne predlžuje trajektóriu elektrónov a ionizovaných molekúl plynu, vďaka zvýšenej pravdepodobnosti ionizácie je výsledný meraný prúd daný súčtom prúdov elektrónov a iónov plynu rádovo väčší než pri mierkach so žeravenou katódou, tento prúd pre Penningovu mierku dosahuje hodnoty typicky 10 až 50 mA/Pa. Tlakový rozsah Penningovej mierky je približne od 10^{-5} Pa do 1 Pa. Limitným faktorom v dolnej hranici tlakov je autoemisía elektrónov, ku ktorej dochádza pri nízkych tlakoch a vysokých hodnotách napätia medzi katódami a anódou. Autoemisiu je možné potlačiť zaradením tieniacich elektród medzi katódy a anódy, čo síce vedie k zložitejšiemu usporiadaniu mierky, avšak umožňuje rozšíriť tlakový interval až po tlaky rádovo 10^{-10} Pa [30].

Vzniká otázka, ako merať extrémne nízke tlaky ($p < 10^{-10}$ Pa), kde ionizačné mierky už nie sú použiteľné. Ukazuje sa, že jedinou možnosťou je použitie tzv. sorpčnej metódy. Metóda využíva vzťah medzi povrchovou a objemovou koncentráciou a jej závislosťou na teplote. Meracie usporiadanie využíva vlákno žeravené

prechádzajúcim elektrickým prúdom a ionizačnú mierku, ktorá je umiestnená v tesnej blízkosti vlákna. Predpokladajme, že na začiatku meracieho cyklu je vlákno ideálne odplynené. V prvej časti meracieho cyklu sa vlákno nastaví na určenú teplotu a na tejto teplote zotrvá presne stanovený čas t_0 . V ďalšej časti meracieho cyklu sa vlákno prudko vyhreje na vysokú teplotu tak, aby došlo k rýchlej desorpcii molekúl plynu, ktoré na vlákne počas času t_0 adsorbovali. V dôsledku náhlej desorpcie dôjde v uzavretom objeme k náraste tlaku z hodnoty p_1 na hodnotu p_2 , pričom platí

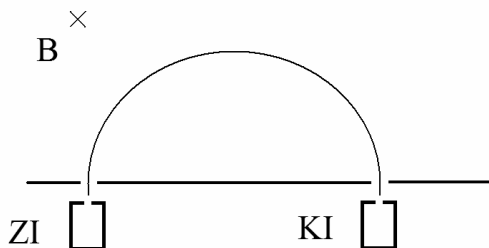
$$p_2 = G_0 \frac{p_1}{t_0}. \quad (2.28)$$

Veľkosť konštanty G_0 je určená plochou povrchu vlákna, teplotou, objemom ako aj hmotnosťou adsorbovaného plynu. Nová hodnota tlaku je zmeraná ionizačnou mierkou. Pri použití tejto metódy je veľmi dôležité, aby čas t_0 nebol väčší ako čas, za ktorý sa v objeme vytvorí monovrstva z molekúl plynu. Je zrejmé, že ide o približnú metódu, ktorej nevýhodou je dlhý čas meracieho cyklu, problematický môže byť aj nárast tlaku v meranom objeme po desorpcii plynu z vlákna.

Doposiaľ diskutované typy vákuových mierok merali celkový tlak plynu predstavujúci súčet parciálnych tlakov všetkých plynov vo vákuovej zostave. Pokiaľ čerpáme objem pôvodne naplnený atmosférickým vzduchom na veľmi vysoké vákuum, budú sa v objeme nachádzať zvyškové plyny ako H_2 , CO_2 , N_2 , O_2 , Ar, vodná para, He prenikajúce stenami. Keďže rôzne druhy plynov môžu rôznym spôsobom ovplyvniť prebiehajúci experiment alebo technologický proces, niekedy je potrebné poznať aj tlak vybraného plynu v objeme t. j. parciálny tlak daného plynu. Parciálny tlak je možné merať priamo ak dokážeme daný plyn oddeliť vhodnou prepážkou (napr. pri zvýšenej teplote prepážka z paládia prepúšťa iba vodík, strieborná prepážka prepúšťa iba kyslík), alebo využiť na separáciu vymrazovačky s vhodne zvolenými kryokvapalinami. Tlak oddelenej zložky sa následne meria obvyklými manometrami. Nepriame metódy sú založené na spektroskopii. Pri optickej spektroskopii najskôr skúmaný plyn stlačíme a následne v ňom vytvoríme výboj. Zloženie plynu a miera zastúpenie jednotlivých zložiek sa určí analýzou žiarenia výboja. V oblasti nízkych tlakov je častejšie využívaný hmotnostný spektrometer. Statický hmotnostný spektrometer využíva zakrivenie dráhy nabitých častíc v magnetickom poli [33], jeho princíp je ilustrovaný na obr. 2.12. Zdroj iónov (ZI) využíva urýchľované elektróny, ktoré ionizujú skúmaný plyn. Ióny vylietavajú zo zdroja rýchlosťou v_I priamo úmernou urýchľovaciemu napätiu U a nepriamo úmernou ich hmotnosti m_i

$$v_I = \sqrt{\frac{2eU}{m_i}}. \quad (2.29)$$

Urýchlené ióny vlietajú do magnetického poľa, ktoré zakriví ich trajektóriu na kruhovú, pričom polomer kružnice je priamo úmerný veľkosti indukcie magnetického poľa B a hmotnosti m_i . Do kolektora



Obr. 2.12 Schéma statického hmotnostného spektrometra

iónov (KI) sa dostanú iba ióny so špecifickým polomerom ich trajektórie a teda so špecifickou hmotnosťou. Postupnou zmenou urýchľovacieho napätia a indukcie magnetického poľa je možné vyberať tie ióny, ktoré sa majú dostať na kolektor iónov. Výsledný spektrálny záznam je vyjadrený ako závislosť prúdu iónov od veľkosti urýchľovacieho napätia, alebo veľkosti indukcie magnetického poľa. Iným typom spektrometra je tzv. dynamický preletový spektrometer, v ktorom sa napätie na urýchľovaciu elektródu privádza vo veľmi krátkych pulzoch. Počas trvania pulzu získa ión rýchlosť, ktorá je určená vzťahom (2.29). Ak je kolektor iónov vzdialený od urýchľovacej elektródy v priamej vzdialenosti l_0 , potom ión bude na prelet potrebovať čas

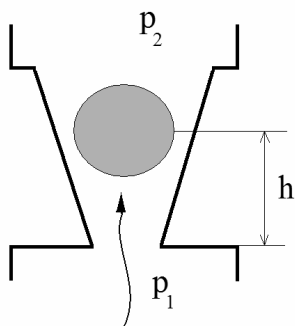
$$t_i = \frac{l_0}{v_i}, \quad (2.30)$$

ktorý je nepriamo úmerný jeho hmotnosti. Spektrálny záznam je v tomto prípade reprezentovaný časovou závislosťou prúdu iónov. Výhodou dynamického preletového spektrometra je rýchlosť získania záznamu, takže je ho možné použiť pri štúdiu rýchlych zmien parciálnych tlakov, navyše nepotrebuje magnet, čo zjednodušuje jeho konštrukciu.

2.3 Meranie prietoku plynu

Znalosť prietoku plynu umožňuje charakterizovať vlastnosti prvkov vákuovej zostavy a je potrebná pre zabezpečenie podmienok daného experimentu, alebo technologického procesu. Skúmanie prietoku plynu do komôrky dovoľuje kalibrovať zariadenia určené pre štúdium kinetiky desorpcie plynov. Prietok plynu sa vyjadruje pomocou už spomenutej veličiny prúd plynu I najčastejšie v jednotkách $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$. Po jednoduchom prepočte jednotiek $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s} = \text{N}\cdot\text{m}/\text{s} = \text{J}/\text{s} = \text{W}$ zistíme, že na veľkosť prúdu plynu môžeme nazerať aj ako na výkon, ktorý musíme vynaložiť na zníženie jednotkového tlaku plynu v jednotkovom objeme za jednotku času. Prietok plynu môžeme vyjadriť aj pomocou zachovávajúcich sa veličín v jednotkách mol/s , kg/s . Tieto jednotky môžu byť vzťahované k prúdu plynu, iba ak je známa teplota plynu.

Meranie prietoku plynu je možné uskutočniť rôznym spôsobom, najjednoduchšie prietokomery sú mechanické prietokomery [25]. Príklad mechanického prietokomera, tzv. rotameter je schematicky znázornený na obr. 2.13. Rotameter je vlastne trubica kónicky sa



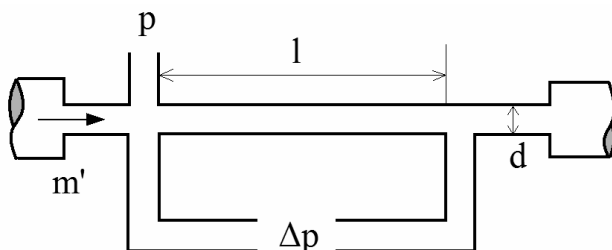
Obr. 2.13 Mechanický prietokomer – rotameter

zúžujúca k vstupnej časti, kde je udržiavaný tlak p_1 , tlak na výstupe má hodnotu p_2 . V kónickej časti je voľne umiestnený plavák guľového tvaru okolo ktorého prúdi plyn zo vstupnej do výstupnej časti vytvoriac tlakový rozdiel Δp , pričom výška plaváka h bude priamo úmerná prietoku plynu. Pre veľkosť prietoku plynu platí vzťah

$$m' \approx \sqrt{\left(p_1 \frac{M}{T} \Delta p\right)} f(h), \quad (2.31)$$

konkrétny tvar funkcie $f(h)$ závisí od zvolenej geometrie rotametru, M je molekulová hmotnosť prúdiaceho plynu. Zo vzťahu (2.31) je vidieť, že veľkosť prietoku plynu (vyjadrená v kg/s) závisí aj od teploty plynu. Rotameter sa obvykle kalibruje pre jeden druh plynu,

pokiaľ sa má používať pre iné druhy plynov je nutné vykonať recalibráciu. Chyba merania pri použití tohto jednoduchého prístroja je približne 10 až 20 %, reprodukovateľnosť je lepšia než 3 %. Rotameter pracuje spoľahlivo pre prietoky väčšie ako $5 \cdot 10^3$ Pa.l/s, v oblasti menších prietokov je nutné použiť iný prístup. Možnou alternatívou pre oblasť nižších prietokov je prietokomer založený na meraní rozdielu tlakov, ktorý je schematicky uvedený na obr. 2.14. Plyn postupuje v kapiláre o priemere d a dĺžke l , pričom sa na ňom



Obr. 2.14 Prietokomer využívajúci tlakový rozdiel

vytvára tlakový spád Δp , ktorý zmeriame diferenciálnym, napr. kapacitným manometrom. Pokiaľ poznáme tlak p na jednej strane kapiláry, potom môžeme prietok plynu určiť nasledovne

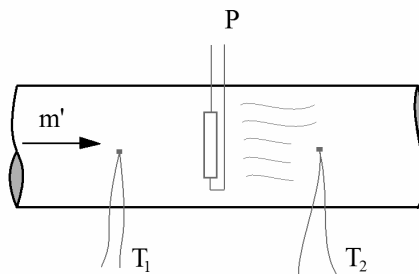
$$m' = \frac{M}{T} \frac{\pi d^4}{128 \eta l} \left(p - \frac{\Delta p}{2} \right) \Delta p, \quad (2.32)$$

kde η je viskozita prúdiaceho plynu. Poznamenajme, že načrtnutý typ prietokomera sa používa pri prúdení v laminárnom režime, kedy na prúdiaci plyn môžeme nazerať ako na navzájom sa pohybujúce vrstvy, ktorých pohyb nie je ovplyvnený nepravidelnosťami vnútorných plôch potrubia v ktorom plyn prúdi. Podrobnejší rozbor jednotlivých režimov prúdenia kvapalín a plynov spolu s ich kvantitatívnymi charakteristikami môže čitateľ nájsť napr. v práci [25]. Uvedený prietokomer je komerčne dostupný pre využitie v oblasti prietokov 0.01 – 100 Pa.l/s. Je veľmi jednoduchý, spoľahlivý, má však dlhší čas odozvy, ktorý sa môže pohybovať v oblasti rádo jednotky až desiatky sekúnd. V spojení s diferenciálnym kapacitným manometrom, ktorý môže ovládať mieru otvorenia ventila na vstupe prietokomera sa často používa ako časť regulačného obvodu pre reguláciu prietoku plynu. Ďalším možným typom je prietokomer založený na meraní tepelného výkonu, ktorý potrebujeme, aby sme zohriali skúmaný prúd plynu na danú teplotu, alebo na meraní teploty, na ktorú vyhrejeme skúmaný prúd plynu pri známom generovanom tepelnom výkone. Prietokomer využívajúci druhý

prístup je znázornený na obr. 2.15. Pozostáva z dvojice teplomerov realizovaných napr. termočlánkami, medzi ktorými je umiestnený odporový ohrievač [34]. Uvedené prvky sa nachádzajú v potrubí s prúdiacim plynom. Prúdiaci plyn odoberá teplo ohrievaču a sám sa zohrieva na teplotu T_2 . Medzi prietokom plynu a tepelným výkonom P dodávaným ohrievačom platí

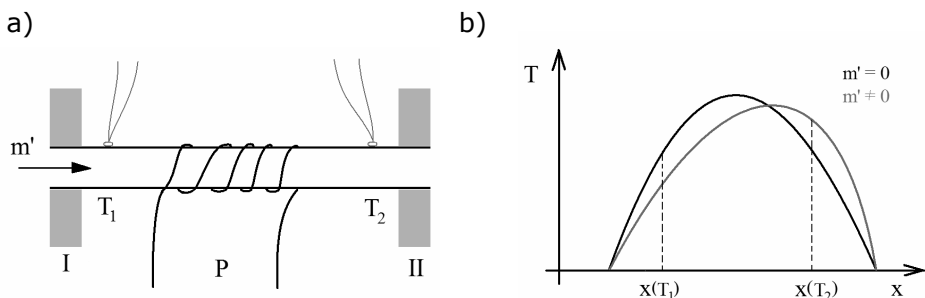
$$m' = \frac{P}{c_p (T_2 - T_1)}, \quad (2.33)$$

kde c_p označuje tepelnú kapacitu prúdiaceho plynu, T_1 je teplota plynu pred vyhriatím.



Obr. 2.15 Prietokomer využívajúci teplotný rozdiel

Pokiaľ požadujeme meranie prietokov menších ako 100 Pa.l/s, je potrebné použiť rúrku priemeru rádovo desiatin milimetra, do ktorej vložíť dvojicu termočlánkov a ohrievač je technicky náročné. Alternatívna realizácia uvedeného prietokomera pre meranie malých prietokov je schematicky znázornená na obr. 2.16a. Načrtnutý



Obr. 2.16a Alternatívna realizácia prietokomera z obr. 2.15.

Obr. 2.16b Teplotný profil prietokomera v klúde ($m' = 0$) a pri prúdiacom plyne ($m' \neq 0$)

prietokomer nevyžaduje žiadny zásah vo vnútri rúrky. Odporový ohrievač je navinutý z vonkajšej strany rúrky, podobne dvojica teplomerov je umiestnená symetricky voči ohrievaču taktiež z vonkajšej strany rúrky. Oba konce prietokomera sú tepelne stabilizované na teplote T_0 dvojicou tepelných rezervoárov *I* a *II*. Pokiaľ v rúrke neprúdi žiadny plyn, budú po privedení ohrevného prúdu na odporový ohrievač obidva teplomery na rovnakej teplote a teplotný profil na rúrke bude symetrický ako je znázornené na obr. 2.16b. Prúdiaci plyn túto symetriu naruší, jeden z teplomerov sa bude ochladzovať, druhý zohrievať, dôjde teda ku vzniku teplotného rozdielu, ktorý bude úmerný prietoku plynu. Výsledný údaj o prietoku závisí aj od tepelnej kapacity a hustoty plynu, takže kalibráciu prietokomera je nutné robiť pre každý druh plynu osobitne.

2.4 Vytváranie nízkych tlakov

Vo vákuových aparatúrach sa pracovný tlak dosahuje pomocou tzv. vývev. Vývevy, podľa princípu činnosti možno rozdeliť do dvoch skupín:

1. *Transportné vývevy*, ktoré znižujú tlak v čerpanom objeme prenášaním molekúl plynu mimo čerpaný priestor. Tieto vývevy sú väčšinou mechanické, obsahujú pohyblivé časti a majú vstup a výstup.

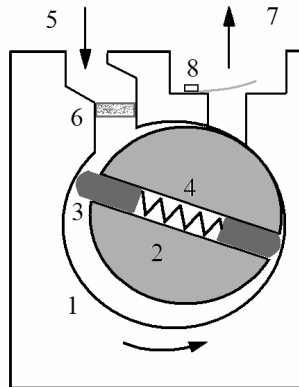
2. *Sorbčné vývevy*, ktoré viažu molekuly plynu na svojich stenách. Sorpčné vývevy sú statické a majú iba vstup.

Najčastejšie používanými veličinami charakterizujúcimi činnosť vývev sú medzný tlak a čerpacia rýchlosť. Hodnota medzného tlaku je určená predovšetkým tzv. spätným prúdom, predstavujúcim prúd plynu vracajúci sa na vstup vývevy vplyvom konštrukcie, alebo desorpcie zo stien a taktiež tlakom pár pracovných látok nachádzajúcich sa vo výveve, napr. oleja. Čerpacia rýchlosť nie je konštantná veličina, ale je funkciou tlaku, ako ukazuje vzťah (2.13). Znalosť tlakovej závislosti čerpacej rýchlosti je podstatná pri zostavovaní čerpacích jednotiek pozostávajúcich s rôznych typov vývev.

Transportné vývevy môžeme podľa spôsobu akým sa v nich dosahuje zníženie tlaku rozdeliť na mechanické, kde sa znižovanie tlaku dosahuje zväčšovaním objemu; na vývevy pracujúce na princípe prenosu impulzu, kde sa impulzom sily molekulám plynu udeľuje hybnosť v smere čerpania; adsorpčne transportné, kde sú molekuly adsorbované na povrchu a prenesené z jedného miesta na druhé [35]. Posledný uvedený druh vývevy však nie je v praxi často používaný.

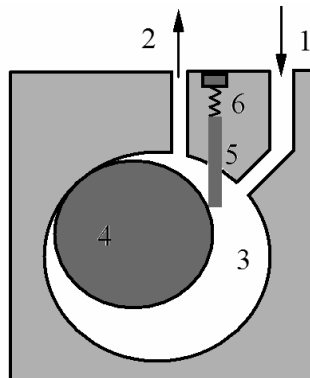
Pri mechanických vývevách môže byť zmena objemu dosiahnutá použitím piestu, piestové vývevy boli prvé vývevy, ktoré sa používali. V súčasnosti sú však nahrádzané rotačnými vývevami, kde sa periodická zmena objemu realizuje konštrukciou s excentricky sa

otáčajúcimi lopatkami [24]. Uvedený typ vývevy je schematicky znázornený na obr. 2.17. Výveva má valcovú dutinu statora (1), v



Obr. 2.17 Rotačná výveva s rotujúcimi lopatkami

ktorej sa nachádza excentricky uložený valcový rotor (2) s výrezmi. Vo výrezoch sú umiestnené lopatky (3), ktoré sú k stenám statora prtláčané pružinou (4). Pri otáčaní rotora je čerpaný plyn nasávaný cez vstup do zväčšujúceho sa priestoru medzi časťou dutiny statora a vstupom (5), zatiaľ čo plyn v časti dutiny statora je vytláčaný na výstup (7). V časti dutiny statora ohraničenej lopatkami je plyn prenášaný zo vstupu k výstupu. Takto sa zabezpečí prenos plynu zo vstupu na výstup vývevy. Vstupná časť je vybavená filtrom (6), ktorý zabraňuje prenikaniu malých mechanických častíc do pracovného priestoru vývevy. Tesneniu napomáha aj olej čiastočne vyplňajúci

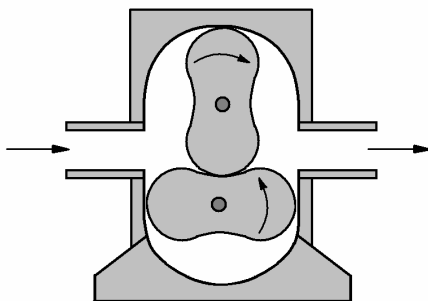


Obr. 2.18 Rotačná výveva s excentrickým rotorom bez lopatiek

pracovný priestor vývevy. Výstup vývevy je vybavený ventilom (8), ktorý zabraňuje prieniku vzduchu z atmosféry do vývevy. Na výstup vývevy sa obvykle umiestňuje aj lapač olejových pár obmedzujúci únik oleja. Alternatívna konštrukcia rotačnej vývevy je uvedená na obr. 2.18. Vstupná (1) a výstupná časť (2) ako aj dutina statora (3) sú riešené podobne ako pri predchádzajúcom type rotačnej vývevy, avšak excentricky uložený rotor (4) nemá výrezy pre lopatky. Tesnenie medzi statorom a rotorom je riešené pomocou pohyblivej prepážky (5), ktorá je k rotoru prítlačaná pružinou (6). Bočné steny rotora a prepážky tesne priliehajú k vnútorným stenám statora, takže vnútro statora je rozdelené na dve časti. Aby bolo kĺzavé trenie nahradené valivým trením, ktoré je podstatne menšie, môže byť vnútorná časť rotora upravená. Rotor môže pozostávať z dvoch koncentrických valcov, kde vnútorný valec je pevne spojený s poháňaným hriadeľom a medzi vnútorný a vonkajší valec rotora sa umiestnia ložiskové valčeky. Uvedená úprava okrem zníženia trenia výrazne znižuje aj opotrebovanie pohyblivých častí vývevy.

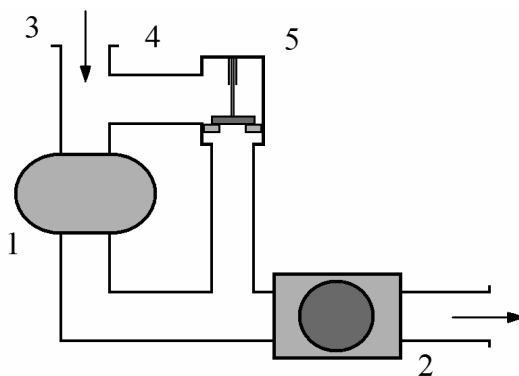
Rotačná výveva sa môže konštruovať ako jedno-, alebo dvojestupňová. Dvojestupňová výveva predstavuje dvojicu za sebou zaradených blokov z obr. 2.17, a umožňuje dosiahnuť o rád nižší medzný tlak ako jednostupňová výveva, pričom však čerpacie rýchlosti oboch typov vývev sú pri vyšších tlakoch pre daný typ stupňa rovnaké. Rotačné vývevy sa používajú v intervale tlakov od 10^{-1} Pa do 10^5 Pa, ich čerpacie rýchlosti pri vyšších tlakoch nadobúdajú hodnoty od 5 m³/h do 200 m³/h, používajú sa predovšetkým na prvotné odsatie vákuovej aparatúry z atmosférického tlaku, a ako posledný prvok v kaskádnom zapojení vývev pre dosiahnutie veľmi nízkych tlakov.

Spoločnou nevýhodou uvedených typov rotačných vývev je pokles ich čerpaciej rýchlosti pri nízkych tlakoch a možnosť prenikania olejových pár do čerpaného objemu. Tieto nevýhody odstraňuje tzv. Rootsova rotačná výveva, ktorej schéma je uvedená na obr. 2.19.



Obr. 2. 19 Rootsova rotačná výveva

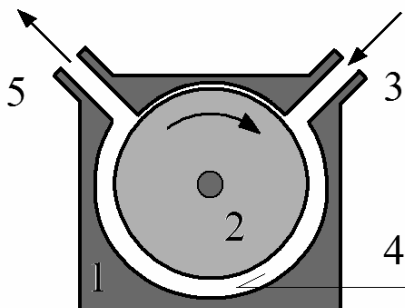
Rootsova výveva má dva rotory špecifického tvaru, ktoré k sebe tesne priliehajú. Medzera medzi rotormi ako aj medzi každým rotorom a statorom je podstatne menšia ako 1 mm, avšak uvedené prvky sa navzájom nedotýkajú, takže vývevu nie je nutné mazať olejom. Rotácia oboch rotorov je synchronizovaná ozubeným prevodom. Pri pohybe rotorov sa medzi rotorom a stenami statora uzatvára objem plynu, pričom však nedochádza ku stlačeniu plynu. Čerpaný plyn je len prenášaný zo vstupnej na výstupnú časť vývevy. Vďaka neprítomnosti oleja môže mať Rootsova výveva podstatne vyššie otáčky (10^3 ot/min) ako olejové rotačné vývevy (10^2 ot/min). Vyššie pracovné otáčky Rootsovej vývevy umožňujú dosahovanie vyšších čerpacích rýchlostí, ktoré môžu dosahovať až 10^4 m³/h a to až do tlakov rádovo 10^{-1} Pa, medzný tlak je ešte o rád nižší [36]. Na druhej strane, čerpacia rýchlosť je obmedzená spätným prúdom čerpaného plynu, ktorý bude prítomný práve vďaka medzerám medzi konštrukčnými prvkami vývevy. Veľkosť spätného prúdu je daná aj tlakom na vstupe vývevy a rozdielom tlakov medzi vstupom a výstupom. Pri dosiahnutí oblasti tlakov rádovo 100 Pa je prúdenie plynu v medzerách molekulárne, kedy stredná voľná dráha molekúl je podstatne väčšia ako rozmery medzery. V molekulárnom režime prúdenia je trenie vyvolané samotným plynom oveľa menšie ako pri viskóznom prúdení a dochádza aj k zníženiu prúdu plynu, pretože budú dominovať zrážky molekúl plynu so stenami statora a rotorov. Z tohto dôvodu sa Rootsova výveva používa v kombinácii s rotačnou vývevou, ktorá sa pripojí na jej výstup a súčasne umožňuje prvotné odsatie čerpaného objemu. Keďže pri vyšších tlakoch môže dôjsť k prehriatiu Rootsovej vývevy, prvotné odsatie rotačnou vývevou je nevyhnutné. Navyše príliš veľký tlakový rozdiel medzi vstupom a výstupom môže Rootsovú vývevu preťažiť. Načrtnuté problémy rieši usporiadanie schematicky znázornené na obr. 2. 20, ktoré sa bežne v experimentálnej praxi používa. Rootsova výveva (1) je spojená s rotačnou vývevou (2) do série, pri odsávaní pracovného objemu (3)



Obr. 2.20 Čerpacia jednotka s Rootsovou a rotačnou vývevou

sú obe vývevy v činnosti. Usporiadanie obsahuje aj tzv. by – pass (4), čo je obtokové potrubie okolo Rootsovej vývevy vybavené poistným ventilom (5). Pri prvotnom odsávaní je poistný ventil otvorený a Rootsova výveva vypnutá. Po dosiahnutí tlaku rádovo 100 Pa sa zapína Rootsova výveva a poistný ventil sa uzavrie. Pokiaľ počas prevádzky dôjde k nárastu tlaku na vstupe Rootsovej vývevy, alebo k nárastu tlakového rozdielu medzi jej vstupom a výstupom, poistný ventil sa otvorí, Rootsova výveva sa vypne a pracovný objem bude čerpaný iba rotačnou vývevou. Poznamenajme, že pri niektorých konštrukciách Rootsových vývev je hnací motor uložený vo vákuovanom priestore na výstupe vývevy. V tomto prípade sa znižuje napájacie napätie elektromotora na približne 40 V, aby v ňom nevznikol výboj.

Ďalším typom vývev sú vývevy využívajúce prenos impulzu, v ktorých molekuly získavajú dodatočnú zložku rýchlosti rýchlo sa pohybujúcim médiom [25]. Médiom môže byť rýchlo sa pohybujúci mechanický prvok, prúd kvapaliny, plynu, alebo vodných či olejových pár. Vo vlastnej molekulárnej výveve je pohybujúcim sa mechanickým prvkom valcový rotor, výveva je schematicky znázornená na obr. 2.21. Stator vývevy (1) má taktiež valcovitý tvar,

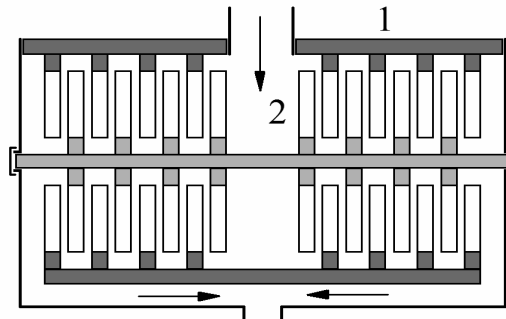


Obr. 2. 21 Molekulárna výveva

pričom medzi statorom a rotorom (2) je vytvorená malá štrbina, ktorá kladie prúdiacemu plynu veľký odpor. V priestrannejšej časti medzery dochádza k čerpaciemu efektu. Rotor sa otáča veľkou rýchlosťou, takže molekuly plynu prichádzajúce vstupným kanálom (3) do pracovného priestoru vývevy (4) po náraze na rotujúci povrch získajú nezanedbateľnú zložku rýchlosti v smere otáčania rotora. Veľkosť rýchlosti s akou molekuly opustia povrch rotora závisí aj od jeho teploty. Dochádza k čiastočnému usmerneniu chaotického pohybu molekúl a tým aj k vzniku prúdu v smere od vstupu (3) k výstupu (5). V oblasti výstupu sa plyn postupne zhušťuje, čo spôsobuje jeho vytekanie vstupným kanálom. Vytvorenie gradientu koncentrácie však spôsobuje vznik spätného prúdu, takže výsledný čerpací prúd je daný rozdielom užitočného a spätného prúdu. K spätnému prúdu

prispieva aj zložka prúdu pretekajúca štrbinou medzi satorom a rotorom. Rýchlosť otáčania rotora vlastnej molekulárnej vývevy je rádo vo 10^4 ot/min, šírka medzery dosahuje rádo vo stotiny milimetra, čo kladie vysoké nároky na konštrukciu vývevy. Čerpacia rýchlosť je na úrovni 10^2 l/s, výveva dosahuje medzný tlak 10^{-4} Pa, pokiaľ je na výstupe udržiavaný tlak rádo vo desiatky Pa.

Turbomolekulárna výveva, schematicky zobrazená na obr. 2.22 odstraňuje konštrukčné a prevádzkové nároky objavujúce sa pri vlastnej molekulárnej výveve. Stator (1) a rotor (2) vývevy je tvorený

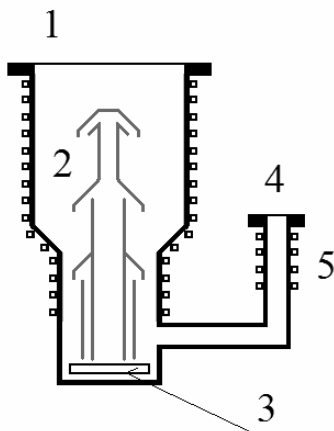


Obr. 2.22 Turbomolekulárna výveva

vhodne naklonenými lopatkami. Molekuly plynu prechádzajú vstupným kanálom a získavajú zrážkami s lopatkami rotora dodatočnú zložku rýchlosti v smere k výstupnému kanálu. Vhodné natočenie lopatiek statora napomáha usmerneniu pohybu molekúl. Ak je rotor realizovaný v tvare kotúča s lopatkami a stator má tiež lopatky ktoré sú natočené opačne, udeľovanie hybnosti molekulám plynu v požadovanom smere je účinné aj pri väčšej vzdialenosti medzi satorom a rotorom. Zväčšenie vzdialenosti medzi satorom a rotorom vedie k zvýšeniu odolnosti vývevy, ktorú možno pri zvýšenej teplote účinnejšie odplyniť. Kvôli možnosti odplynienia a svojej konštrukcii dosahuje turbomolekulárna výveva medzný tlak až 10^{-9} Pa a čerpaciu rýchlosť rádo vo 10^2 l/s. Výveva pracuje bez oleja, takže do čerpaného objemu nezanáša uhľovodíky. Vďaka svojej spoľahlivosti a prevádzkovým parametrom je tento typ vývevy veľmi často používaný v zostavách, kde je potrebné dosiahnuť veľmi nízke tlaky.

Medzi vývevy pracujúce na princípe prenosu impulzu zaraďujeme aj tzv. difúzne vývevy. Ich názov je zaužívaný z historických dôvodov, nevystihuje presne princíp činnosti tejto vývevy, molekulám čerpaného plynu sa udeľuje hybnosť v smere čerpania pomocou prúdu pár pohybujúcich sa nadzvukovou rýchlosťou. Pary sa získavajú ohrevom pracovnej kvapaliny, ktorou môže byť minerálny olej, voda, ortuť, alebo vybraná organická kvapalina. Keďže v reálnej difúznej výveve nebudú zachytené všetky molekuly plynu, bude tu existovať

spätné prúdenie z výstupu vývevy na jej vstup. Difúzna výveva je schematicky znázornená na obr. 2.23. Pracovná kvapalina je zohrievaná ohrievačom (3) umiestnenom v spodnej časti vývevy. Keď sa kvapalina dostane do varu, jej pary postupujú vodiacim potrubím



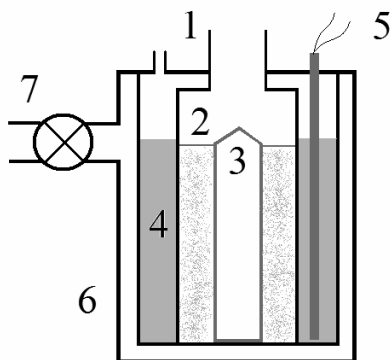
Obr. 2.23 Difúzna výveva

k tryskám (2), ktoré usmernia pohyb pár smerom dole a k vonkajšej stene plášťa vývevy. Plyn, ktorý prichádza zo vstupnej časti (1) do oblasti prúdiacich pár je strhávaný z vrchnej do spodnej časti a vzniká tlakový gradient. Keďže vonkajšia stena plášťa vývevy je ochladzovaná napr. vodou, pary pracovnej kvapaliny na nej opätovne skondenzujú a kvapalina steká do spodnej časti, kde je následne vyhrievaná. Zaradenie trysiek do niekoľkých stupňov vedie k zvýšeniu tlakového rozdielu na vstupe a výstupe vývevy. Na výstupe vývevy (4) je umiestnený lapač olejových pár (5). Tlak pár nad vyhrievanou kvapalinou dosahuje obvykle hodnotu približne 200 Pa. Hodnota maximálneho tlakového rozdielu medzi vstupom a výstupom vývevy je menšia, pohybuje sa v oblasti 25 – 75 Pa. Difúzna výveva teda nemôže čerpať plyn do atmosférického tlaku, ale musí byť na svojom výstupe zaradenú ďalšiu vývevu, najčastejšie rotačnú. Rotačná výveva vytvorí počiatkový tlak v difúznej výveve a v čerpanom objeme rádovo jednotky príp. desiatky Pa, až potom je možné uviesť do činnosti difúznu vývevu, ktorej medzný tlak sa pohybuje v oblasti 10^{-5} - 10^{-9} Pa, podľa konštrukcie vývevy a použitej pracovnej kvapaliny. Difúzna výveva pracuje ako zariadenie s konštantnou čerpacou rýchlosťou od medzného tlaku až po kritický tlak, ktorého veľkosť je približne 10^{-1} - 10^0 Pa. Prúd plynu lineárne narastá so zvyšovaním tlaku, pri dosiahnutí kritického tlaku, spätný prúd spôsobuje nestabilitu v čerpaní. Tieto nestability sú spôsobené skutočnosťou, že prúdiace molekuly pár vďaka mnohopočetným zrážkam s molekulami čerpaného plynu už nedoletia na stenu plášťa vývevy, ale začínajú sa náhodne pohybovať v priestore medzi tryskami a plášťom. Zánik ustáleného prúdenia pár v blízkosti plášťa vývevy uľahčuje prúdenie molekúl plynu z výstupu na vstup, čo

výrazne znižuje efektivitu čerpania. Jedným z rozhodujúcich faktorov ovplyvňujúcich činnosť difúznej vývevy je kvalita použitého oleja. Obvykle sa používajú starostlivo destilované minerálne oleje, alebo syntetické tzv. silikónové oleje. Zatiaľ čo minerálne oleje podliehajú rozkladu ak sa do čerpaného objemu pri pracovnej teplote vývevy dostane vzduch, silikónové oleje túto nevýhodu nemajú. Pokiaľ požadujeme minimálnu prítomnosť uhlíkov v čerpanom objeme, je výhodnejšie použitie ortuťovej difúznej vývevy. Ortuť je oveľa odolnejšia voči vysokej teplote, ktorú je možné zvýšiť a tým zväčšiť účinnosť čerpania. Nevýhodou použitia ortuti je jej vysoký tlak nasýtených pár, preto je pri ortuťovej výveve nutné chladiť steny plášťa kvapalným dusíkom.

Sorbčné vývevy, ktoré predstavujú druhú skupinu vývev, molekuly čerpaného plynu v sebe zadržiavajú [4]. Princíp činnosti dovoľuje využitie prakticky celého vnútorného povrchu vývevy. Na druhej strane čerpanie je časovo obmedzené, nakoľko vo výveve je možné zadržať iba konečný objem plynu, ktorého konkrétna hodnota závisí od typu vývevy, jej konštrukčného prevedenia. Následne, čas čerpania je ovplyvnený aj prúdom prichádzajúceho plynu. V oblasti nízkych a veľmi nízkych tlakov tento čas predstavuje jednotky až desiatky hodín, čo je pre väčšinu aplikácií postačujúce. Sorpčné vývevy môžu byť realizované ako kondenzačné a iónové sorbčné. Kondenzačné vývevy využívajú pri väzbe plynu jeho kondenzáciu na kondenzačnej stene, ktorá je chladená najčastejšie kvapalným dusíkom, alebo kvapalným héliom. Dopadajúca molekula plynu je na kondenzačnej stene zachytená, takže postupne dôjde k vytvoreniu kondenzačnej vrstvy, ktorej hrúbka s časom narastá. Keďže kondenzačná vrstva má konečnú tepelnú vodivosť, bude dochádzať k vzniku teplotného gradientu v kondenzačnej vrstve, pričom jej najchladnejšia časť sa bude nachádzať pri kondenzačnej stene. S narastajúcou hrúbkou kondenzačnej vrstvy a následne zvyšujúcou sa teplotou povrchu kondenzačnej vrstvy, budú ďalšie prichádzajúce molekuly viazané väzobnou silou, ktorá sa bude postupne zmenšovať, čo povedie k postupnému znižovaniu efektivity čerpania. Z tohto dôvodu je potrebné kondenzačnú vývevu po istom čase odpojiť od čerpaného objemu, vyhriať a odsáť. Čerpací účinok kondenzačnej vývevy je možné výrazne zvýšiť použitím chladeného sorbentu, napr. aktívneho uhlia, ktoré výrazne zväčšuje povrch vývevy. Vývevy s chladeným sorbentom sa obvykle nazývajú kryosorpčné vývevy a ako bežné sorpčné vývevy je ich nutné periodicky regenerovať odplynením sorbentu za zvýšenej teploty. Príklad realizácie kryosorpčnej vývevy je uvedený na obr. 2.24. Vstup (1) vývevy je pripojený k čerpanému objemu. Molekuly čerpaného plynu postupujú cez vstupnú časť do priestoru s chladeným sorbentom (2), ktorý je zvnútra ohraničený mriežkou (3). Vonkajšia strana priestoru s chladeným sorbentom je tepelne kontaktovaná na priestor vyplnený kryokvapalinou (4). V tomto priestore je uložený aj ohrievač (5) pre rýchle odparenie kryokvapaliny počas regenerácie vývevy. Pre

zníženie prenosu tepla z okolia do priestoru vyplneného kryokvapalinou je výveva vybavená vonkajšou komorou (6), ktorá je



Obr. 2.24 Kryosorpčná výveva

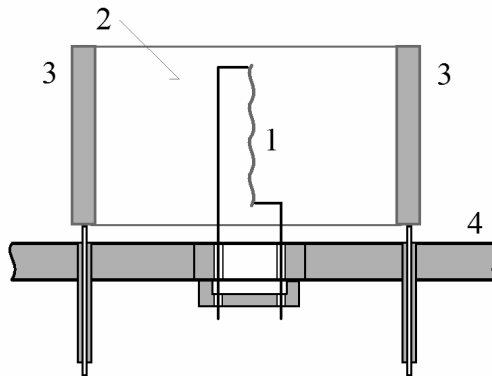
vákuovaná cez vákuový ventil (7). Čerpacia rýchlosť kondenzačnej vývevy závisí od tlaku podľa vzťahu

$$S_{ef} = Acs \left(1 - \frac{p_x}{p} \right), \quad (2.34)$$

v ktorom A označuje veľkosť vnútorného povrchu, c je kondenzačný koeficient vyjadrujúci pomer počtu skondenzovaných molekúl na povrchu k celkovému počtu dopadajúcich molekúl za jednotku času na jednotku plochy, s je špecifická čerpacia rýchlosť pre daný plyn a p_x je tlak nasýtených pár pri teplote kondenzačnej steny. Pri dosiahnutí medzného tlaku je čerpacia rýchlosť nulová. Napríklad v prípade chladenia steny kvapalným héliom je medzný tlak rovný približne 0.2 Pa. Ak však inou vývevou vyčerpáme kryosorpčnú vývevu na počiatočný tlak 0.1 Pa, po jej zaliatí kvapalným héliom je možné dosiahnuť medzný tlak až o šesť rádov nižší. Keďže kryosorpčná výveva neobsahuje mechanicky pohyblivé časti, nie je zdrojom mechanických vibrácií. Navyše táto výveva je pri veľmi nízkych tlakoch charakterizovaná vysokými hodnotami čerpacích rýchlostí ($10^3 \text{ m}^3/\text{s}$), do čerpaného objemu nezanáša uhlíkovodíky, takže ju možno s výhodou použiť v najnáročnejších vákuových aparatúrach.

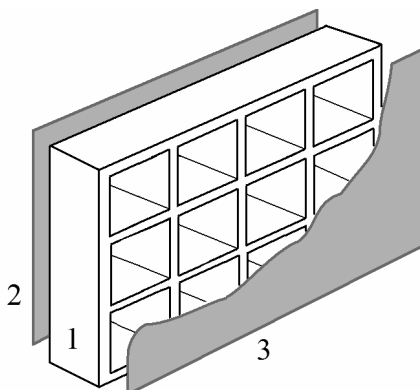
Iónové sorpčné vývevy využívajú chemisorpciu pri vytváraní väzby medzi molekulami čerpaného plynu a vrstvou aktívneho kovu. Pri chemickej adsorpcii sa chemicky aktívny kov opakovane neparuje na časť povrchu vývevy, alebo sa stáva aktívny až po ohreve vo vákuu. V praxi sa používajú rôzne kovy, ktoré majú rôznu afinitu k rôznym

čerpaným plynom, často je využívaný titán, ktorý sa vyznačuje veľkou afinitou predovšetkým k vodíku, kyslíku a dusíku. Navyše titán sublimuje pri oveľa nižších teplotách ako väčšina ostatných kovov. Výveva využívajúca naparovanie aktívneho kovu je schematicky uvedená na obr. 2.25. Vlákno z titánovej zliatiny (1) je žeravené prechádzajúcim prúdom. Po jeho vyhriatí dochádza k sublimácii titánu a jeho absorpcii na priľahlých stenách (2). Adsorbovaný titán reaguje



Obr. 2.25 Iónová sorpčná výveva

s molekulami čerpaného plynu, a tak dochádza k čerpaciemu efektu charakterizovanom konštantnou čerpacou rýchlosťou pre tlaky nižšie ako 10^{-1} Pa, s medzným tlakom rádovo 10^{-8} Pa. Pre správnu prevádzku vývevy je nutné steny ochladzovať chladiacim telesom (3). Výveva sa nachádza priamo v čerpanom priestore (4). Keďže tento typ vývevy nie je možné regenerovať vyhriatím, pre dosiahnutie kontinuálneho čerpacieho efektu je nutné opakovane nanášať titánovú vrstvu na steny vývevy. Nevýhodou popisovaného typu vývevy je vysoká energetická spotreba a nutnosť chladenia. Navyše uvedená výveva nedokáže čerpať vzácne plyny, keďže tieto nie sú chemicky aktívne. Výveva založená na rozprašovaní aktívneho kovu je schematicky uvedená na obr. 2.26. Jej prevádzka je podstatne ekonomickejšia, pretože odpadá nutnosť ochladzovania. Anóda v tvare mriežky (1) je umiestnená medzi dvojicu katód (2,3), ktoré majú tvar doštičiek. Elektródy sú umiestnené v magnetickom poli, ktorého siločiaru sú kolmé k rovinám elektród. Ak privedieme medzi elektródy jednosmerné napätie o veľkosti rádovo jednotky kV, dôjde ku vzniku nevyhasínajúceho výboja, pričom magnetické pole bude stáčať dráhy elektrónov, takže elektróny sa budú dlhšie zdržiavať v okolí elektród. Elektróny budú ionizovať molekuly čerpaného plynu. Ióny nastreľované na katódy v nich ostávajú, pričom vyrážajú častice katódy na okolité steny. Takto kontinuálne vzniká vrstva aktívneho



Obr. 2.26 Sorpčná výveva využívajúca rozprašovanie aktívneho kovu

kovu zachytávajúca ióny čerpaného plynu. Keďže molekuly čerpaného plynu sú ionizované, čerpací efekt sa objaví aj pri čerpaní inertných plynov, keďže ióny vzácnych plynov sa viažu s titánom. Čerpacia rýchlosť uvedeného typu vývev sa pohybuje v oblasti 10^0 až 10^4 l/s, podľa konštrukcie, dosahovaný medzný tlak je 10^{-9} Pa. Nevýhodou je nutnosť použitia veľkého a ťažkého magnetu.

Z predchádzajúcich úvah je zrejmé, že rôzne typy vývev sa uplatňujú v rôznych oblastiach tlakov, pričom vývevy pracujúce pri veľmi nízkych tlakoch (difúzna, turbomolekulárna, sorbčná) musia mať na svojom výstupe trvalo udržiavaný nižší tlak než atmosférický. Z tohto dôvodu musí byť výstup uvedených vývev trvalo čerpaný ďalšou vývevou, alebo vývevami. Vzniká nám tak usporiadanie rôznych typov vývev do kaskády, kde počet prvkov v kaskáde a druh použitých vývev závisí od požadovaného medzného tlaku a čerpacej rýchlosti. Návrh čerpacej kaskády budeme ilustrovať na jednoduchom príklade spojenia difúznej a rotačnej vývevy. Ak S_{dif} , S_{rot} sú čerpacie rýchlosti difúznej a rotačnej vývevy, p_{dif} , p_{rot} sú tlaky na vstupe difúznej a rotačnej vývevy, potom rovnica kontinuity prúdiaceho plynu vyžaduje

$$p_{dif} S_{dif} = p_{rot} S_{rot} . \quad (2.35)$$

Pričom p_{rot} predstavuje súčasne tlak na výstupe difúznej vývevy. Pre spoľahlivú činnosť kaskády však na vzťah (2.35) obvykle nazeráme ako na nerovnosť, v ktorej prúd plynu prechádzajúci rotačnou vývevou musí byť väčší ako prúd plynu prichádzajúci na jej vstup z výstupu difúznej vývevy. Keďže obe veličiny S_{dif} , S_{rot} sú tlakovo závislé, vyžadujeme splnenie podmienky (2.35) v tvare nerovnosti aj za veľmi nepriaznivých okolností

$$P_{rot}^{\min} S_{rot}^{\min} > P_{dif}^{\max} S_{dif}^{\max} \quad (2.36)$$

kde indexy *min* resp. *max* znamenajú minimálne resp. maximálne hodnoty príslušných veličín. Podmienka (2.36) v sebe obsahuje značnú rezervu, nakoľko p_{dif} a S_{dif} nemôžu byť súčasne na svojich maximálnych hodnotách. Pre spoľahlivé napojenie rotačnej vývevy na výstup difúznej vývevy teda určíme jej minimálnu čerpaciu rýchlosť z podmienky

$$S_{rot}^{\min} > \frac{P_{dif}^{\max}}{P_{rot}^{\min}} S_{dif}^{\max}. \quad (2.37)$$

2.5 Netesnosti vo vákuových systémoch.

Záverom časti venovanej nízkym tlakom sa v krátkosti zmienime o netesnostiach vákuových systémov a metódach ich detekcie. Vákuová netesnosť znamená neželané prepojenie čerpaného objemu s iným objemom, alebo okolitou atmosférou. Vo výnimočných situáciách sme schopní nájsť netesnosť pomocou našich zmyslov, napr. podľa syčania vnikajúceho plynu, alebo vizuálne v prípade napr. uvoľnenej príruby, prasknutého potrubia atď. Tieto prípady sú však vzácné, väčšinu netesností nie je možné zistiť priamo našimi zmyslami, je preto nutné použiť iné techniky. Každá metóda hľadania netesnosti je charakterizovaná citlivosťou na určitú testovaciu látku. Čím je citlivosť metódy na testovaciu látku väčšia ako citlivosť na vzduch, tým menšiu netesnosť môžeme detekovať. Poznamenajme, že pre malé netesnosti nie je výhodné charakterizovať ich podľa geometrického rozmeru, praktickejšie sa javí posudzovať ich veľkosť podľa miery nárastu tlaku, ktorý vo vákuovom systéme spôsobujú. Z tohto dôvodu vyjadrujeme veľkosť netesnosti najčastejšie v jednotkách Pa.l/s. V súčasnosti je známy celý rad techník používaných pri detekciách vákuových netesností, podrobný rozbor jednotlivých metód možno nájsť napr. v práci [37]. V tejto časti sa sústredíme na dve najcitlivejšie techniky. Prvou je tzv. luminiscenčná metóda založená na detekcii kvapaliny, ktorá prenikla netesnosťou do vákuového systému s využitím luminiscencie. Použitím vhodného luminofera rozpusteného v testovacej kvapaline, ktorý prenikne na vnútorný povrch vákuového systému, je možné po ožiarení vnútorného povrchu stien ultrafialovým žiarením pozorovať farebné svietiace plošky. Výhodnou načrtnutej metódy je možnosť presnej lokalizácie netesnosti a jej vysoká citlivosť. Experimentálna skúsenosť [38] ukazuje, že pre malé netesnosti možno luminiscenciu spoľahlivo zaznamenať, ak sa vytvorí škvrna dostatočnej veľkosti. Veľkosť škvرنy by mala byť aspoň 0.2 mm, pri pravdepodobnej hrúbke vodného filmu 0.1 mm sa teda jedná asi o $3 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ kvapaliny, ktorá pretekla netesnosťou. Podľa očakávania je čas pretečenia kvapaliny nepriamo

úmerný veľkosti netesnosti a môže sa pohybovať od rádovo desiatín sekúnd po stovky rokov [39]. Keďže pri natekaní zohráva veľkú úlohu kapilárna elevácia, nebude čas natekania výrazne závislý od orientácie netesnosti vzhľadom ku zemskému gravitačnému poľu, taktiež je výhodné, že skúmanú časť nie je nutné evakuovať. Pri praktickom použití uvedenej metódy postupujeme tak, že zvonku natrieme skúmané miesto fluorescenčným roztokom, následne počkáme určitý čas súvisiaci s minimálnou veľkosťou netesnosti, ktorú chceme identifikovať a potom osvetlíme vnútornú stranu skúmanej časti ultrafialovou lampou. Čas čakania môže byť pomerne dlhý, čo môže predstavovať nevýhodu pri použití uvedenej techniky. Navyše väčšina luminoforov patrí medzi zdraviu škodlivé látky, takže pri práci s nimi je bezpodmienečne nutné dbať na zásady bezpečnosti a ochrany zdravia.

Najcitlivejšie metódy detekcie prieniku testovacieho plynu do skúmaného zariadenia sú v súčasnosti založené na hmotnostnej spektroskopii. Princíp činnosti statického hmotnostného spektrometra (pozri obr. 2.12) bol vyložený pri meraní parciálnych tlakov. Vzniká otázka, aký druh testovacieho plynu použijeme. Testovací plyn musí ľahko prenikať cez netesnosti do vnútorných častí vákuového systému, mal by byť čo najmenej zastúpený v atmosfére ako aj vo zvyškových plynoch, ktoré sa môžu vo vákuovom systéme nachádzať. Je žiaduce, aby bol testovací plyn chemicky neaktívny, výhoda je ak nebude horľavý a zdraviu škodlivý. Všetkým načrtnutým požiadavkám vyhovuje jediný plyn, a tým je hélium. Vďaka svojej malej atómovej hmotnosti ($M = 4$) rýchlo preniká cez netesnosti, v atmosfére je zastúpený v minimálnom množstve ($5 \cdot 10^{-4} \%$), jeho množstvo vo zvyškových plynoch je zanedbateľné. Malá atómová hmotnosť hélia umožňuje zjednodušiť konštrukciu analyzátora v hmotnostnom spektrometri, pretože nie je potrebné odlišovať iné prvky s blízkou atómovou hmotnosťou. Navyše, hélium je nehorľavý inertný plyn, ktorý nie je zdraviu škodlivý. Vďaka jeho vlastnostiam je v súčasnosti väčšina hľadačov netesností využívajúca princíp hmotnostnej spektroskopie nastavovaná práve pre hélium. Okrem hélia je možné uvažovať aj o iných plynoch napr. o vodíku, alebo argóne. Vodík má ešte menšiu atómovú hmotnosť ako hélium, je však horľavý a predstavuje jednu zo zložiek zvyškových plynov. Na druhej strane argón nie je horľavý, avšak má oveľa väčšiu atómovú hmotnosť ($M = 40$), navyše je v atmosfére zastúpený v nezanedbateľnom množstve (1.29%). Poznamenajme, že v súčasnosti existujú aj hľadače netesností nastaviteľné na rôzne testovacie plyny, majú však komplikovanejšiu konštrukciu analyzátora, čo sa prejavuje na ich výrazne vyššej cene.

V ďalšom sa budeme venovať iba héliovému hľadaču netesností. V súčasnosti používané héliové hľadače netesností dokážu zaregistrovať relatívny obsah približne $10^{-4} \%$ z celkového množstva plynov v spektrometri. Ak uvažíme, že pracovný tlak spektrometra je 10^{-3} až 10^{-4} Pa, potom hľadač má citlivosť na hélium na úrovni 10^{-9} až 10^{-10}

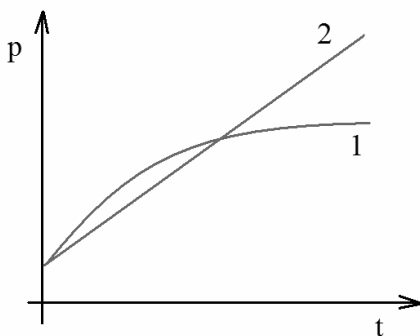
Pa. Existuje viacero spôsobov na zvýšenie citlivosti hľadača. Jeden z nich využíva selektívne zníženie čerpacej rýchlosti difúznej vývevy pre hélium vhodným znížením príkonu ohrievača [38]. Ďalší spôsob je založený na použití dvojice analyzátorov so smerovou fokusáciou. Ióny vzduchu, ktoré prešli prvým analyzátorom spolu s iónmi hélia sa oddeľujú v druhom analyzátore, čo vedie na potlačenie signálu pochádzajúceho zo vzduchu až o tri rády [40]. Taktiež je možné využiť rôzne prenikanie iónov hélia a ostatných plynov cez alumíniovú fóliu. Ak necháme ióny urýchliť na energiu približne 30 kV a necháme ich dopadať na alumíniovú fóliu, je možné vhodnou hrúbkou fólie docieľiť, že cez ňu prejdú prakticky iba ióny hélia, ktoré sú ďalej registrované scintilačným detektorom s fotonásobičom. Uvedený postup zlepšil odstup medzi užitočným signálom a signálom pozadia až o tri rády. Bežné héliové hľadače netesností dokážu zaregistrovať netesnosť veľkostí rádovo 10^{-9} Pa.l/s, s využitím uvedených postupov je možné zvýšiť citlivosť a následne zaregistrovať netesnosť na úrovni približne 10^{-12} Pa.l/s, pre experimentálne štúdium vlastností tuhých látok je obvykle postačujúca detekcia netesností na úrovni 10^{-9} Pa.l/s.

Pri hľadaní netesnosti postupujeme tak, že hľadač pripojíme na testovanú vákuovú zostavu a postupne héliom ofukujeme podozrivé miesta, predovšetkým spoje a ventily. Héliový hľadač dosiahne najvyššiu citlivosť až vtedy, keď množstvo testovacieho plynu dosiahne ustálenú hodnotu. Časová závislosť tlaku testovacieho plynu v systéme o objeme V čerpaného pumpou s čerpacou rýchlosťou S pri prietoku Q_t testovacieho plynu je daná vzťahom

$$p(t) = p_{poz} + \frac{Q_t}{S} \left(1 - \exp\left(-\frac{St}{V}\right) \right), \quad (2.38)$$

kde p_{poz} predstavuje tlak pozadia pred prienikom testovacieho plynu. Na začiatku je teda tlak vo vákuovom systéme rovný tlaku pozadia. Po uplynutí času rovnému hodnote časovej konštanty S/V dosiahne tlak dvoch tretín z maximálnej hodnoty, ak uplynie čas rovný päťnásobku časovej konštanty, tlak bude na 99 % z maximálnej hodnoty. Získaný výsledok znamená, že ak máme systém s objemom napr. 1 m^3 , ktorý je čerpaný pumpou s čerpacou rýchlosťou 10 l/s , budeme po prieniku testovacieho plynu potrebovať minimálne 100 s , kým hľadač netesností dosiahne svoju maximálnu citlivosť. Je zrejmé, že množstvo testovacieho plynu vniknutého do vákuového systému a tým aj časová závislosť priebehu tlaku testovacieho plynu závisia od času, počas ktorého dopadá testovací plyn na netesnosť, podrobný rozbor je možné nájsť napr. v [37]. Znalosť časovej konštanty testovaného systému má pre úspešné nájdenie netesnosti zásadný význam. Pokiaľ nie je možné dosiahnuť v skúmanom systéme vákuum, ktoré je možné získať použitím rotačnej vývevy, je v systéme veľká netesnosť, alebo nie je funkčná rotačná výveva. V tejto situácii nepoužijeme héliový hľadač netesností, ale postupne

uzatvárame ventily v systéme a sledujeme tlak na vstupe rotačnej vývevy. Pokiaľ sa tlak výrazne nezmenil, skontrolujeme samotnú rotačnú vývevu tak, že jej vstup uzavrieme a ponecháme na ňom iba vákuovú mierku. Príčinou prípadnej nesprávnej činnosti rotačnej vývevy môže byť predovšetkým úroveň hladiny oleja, príp. jeho znečistenie, opotrebovanie pohyblivých častí, alebo korózia pokiaľ rotačná výveva dlhodobo čerpala agresívne plyny. Pokiaľ je rotačná výveva v poriadku, postupne k nej pripájame jednotlivé časti čerpaceho rozvodu, až kým neodhalíme netesnú sekciu. Podozrivé spoje môžeme ofúknuť héliom, jeho výrazný prienik do čerpaceho rozvodu vyvolá zmenu zvuku bežiaccej rotačnej vývevy. Iná možnosť je potrieť podozrivé miesta alkoholom, po jeho prieniku do vnútra rozvodu sa alkohol odparí a vákuová mierka zaznamená výrazný nárast tlaku. Ak čerpací systém dokáže vytvoriť tlak na úrovni, ktorú môžeme získať použitím difúznej, alebo turbomolekulárnej vývevy, v skúmanom systéme je menšia netesnosť, alebo nie je funkčná výveva vytvárajúca príslušný tlak, ďalšou príčinou môže byť výrazné odplyňovanie v čerpanom objeme. Postupujeme obdobne ako v prechádzajúcom prípade, uzavrieme vstupný ventil čerpacej zostavy a pozorujeme prípadnú zmenu tlaku na vstupe difúznej resp. turbomolekulárnej vývevy. Výrazný pokles tlaku potvrdzuje správnu činnosť čerpacej zostavy. Pokiaľ k nemu nedôjde, môže byť netesnosť v spojovacom potrubí v čerpacej zostave, prípadne jedna z vývev nemusí pracovať správne. Pri hľadaní malej netesnosti v čerpacej zostave už využijeme aj hľadač netesností, ktorý pripojíme buď na jej vstup, alebo na výstup vývevy vytvárajúcej veľmi nízky tlak. Ak sa nám podarilo overiť, že čerpacia zostava je vákuovo tesná, pripojíme ju spolu s hľadačom netesností k testovanej vákuovej zostave. Príliš vysoká hodnota tlaku vo vákuovej zostave môže znamenať netesnosť, ale aj pretrvávajúce odplyňovanie. Oba procesy môžeme od seba odlíšiť jednoduchým testom. Prerušíme čerpanie vákuovej zostavy a budeme zaznamenávať časovú závislosť nárastu tlaku vo



Obr. 2.27 Časové závislosti tlaku pri odplyňovaní (1), resp. pri vákuovej netesnosti (2)

vákuovej zostave (obr. 2.27). Keďže miera odplyňovania s časom exponenciálne klesá, bude sa pri tomto procese tlak postupne blížiť k ustálenej hodnote (1), pokiaľ môžeme zanedbať permeáciu. V prípade netesnosti bude časová závislosť tlaku lineárna (2). Ide o triviálnu metódu testovania na vákuovú netesnosť, je však potrebné uvážiť, že charakteristický čas poklesu miery desorpcie môže byť až desiatky hodín, takže pre spoľahlivé rozlíšenie oboch procesov je nutné čakať adekvátne dlhý čas, čo nie je vždy praktické. Pokiaľ sa rozhodneme prísť k ohľadávaniu, je vhodné začať zhora a postupovať k dolným častiam vákuovej zostavy. Ak je konštrukcia vákuovej zostavy zložitejšia, možno odporučiť zabalenie jednotlivých častí do plastového obalu. Plastový obal bude nápomocný dvojakým spôsobom. Pri testovaní vybranej časti zostavy udrží atómy hélia podstatne dlhšie v okolí testovaných častí, čo v prípade netesnosti zvyšuje pravdepodobnosť ich prieniku cez netesnosť. Na druhej strane plastový obal zabráni nežiaducemu prieniku hélia do iných častí zostavy a tak uľahčuje lokalizáciu netesnosti. Vhodnou pomôckou je aj alkohol, ktorý vnikne aj do malej netesnosti a dočasne ju utesní. V prípade potreby dosiahneme rýchle odstránenie alkoholu prúdom horúceho vzduchu. Pri hľadaní netesnosti sa zameriavame predovšetkým na miesta spojov, zvarov a konektorov, kde je vznik netesnosti najpravdepodobnejší. Prúd plynného hélia použitý na ofukovanie testovaných miest by mal byť primeraný. Pre orientačné a rýchlejšie vyhľadanie oblasti, kde sa nachádza netesnosť môžeme voliť silnejší prúd, následne nastavíme slabší prúd, ktorý nám umožní presnejšie určenie miesta netesnosti. Pri ohľadávaní je vhodné testovanú aparatúru čerpať iba hľadačom netesností, paralelné zapojenie hľadača a ďalšieho čerpaceho prvku sítě znižuje signál pozadia, ale súčasne aj citlivosť hľadača, keďže nie všetky atómy hélia, ktoré cez netesnosť vniknú do testovaného systému sa dostanú do hľadača netesností.

Technicky náročnejšie je vyhľadanie tzv. studenej netesnosti, ktorá sa otvára pri teplotách oveľa nižších ako je izbová teplota. Väčšina studených netesností sa objavuje pri teplote kvapalného dusíka (77 K), keďže kontrakcia väčšiny konštrukčných materiálov je najvýraznejšia práve medzi izbovou teplotou a teplotou kvapalného dusíka. Pre detekciu studenej netesnosti je nutné testované miesto ochladiť, pritom však nesmie dôjsť k jeho oroseniu vzdušnou vlhkosťou, nakoľko voda hľadanú netesnosť dočasne odstráni. Pokiaľ to konštrukcia zostavy umožňuje, ochladenie môžeme vykonať lokálne napr. tak, že na špičku dáme vatú, ktorú namočíme do kvapalného dusíka a ňou potrieme skúmané miesto. Je veľmi dôležité skúmané miesto ofukovať intenzívnym prúdom héliového plynu, ktorý oddiali jeho orosenie a zvýši pravdepodobnosť prieniku héliového plynu cez hľadanú netesnosť. Alternatívne je možné ochladiť celú testovanú zostavu s použitím dusíkovej Dewarovej nádoby. Pri testovaní pomaly vynárame testovanú zostavu, pričom skúmané miesta ofukujeme silným prúdom héliového plynu tesne nad hladinou kvapalného

dusíka, kde plynný dusík zabráni prenikaniu vodných pár a ich následnej kondenzácii na testovanej zostave.

Pre experimentátora najneprijemnejšou netesnosťou je tzv. supratekutá netesnosť, ktorá sa objavuje až po prechode hélia do supratekutého stavu (2.17 K). Nájsť takúto netesnosť je prakticky takmer nemožné, najúčinnším riešením je postupné nahrádzanie podozrivých konštrukčných častí experimentálnej zostavy.

3. Zdroje magnetického poľa.

Okrem teploty a tlaku predstavuje magnetické pole ďalší základný parameter, ktorý sa využíva pri štúdiu rôznych vlastností tuhých látok. Znalosť systematickej závislosti skúmanej veličiny predovšetkým od teploty a magnetického poľa má bohatý informačný obsah a uľahčuje interpretáciu získaných experimentálnych údajov určením fyzikálneho mechanizmu zodpovedného za pozorované správanie, alebo navrhnutím zmeny zloženia/štruktúry/spôsobu prípravy danej látky za účelom zlepšenia jej materiálových charakteristík. V tejto časti sa budeme venovať otázkam súvisiacimi so zdrojmi magnetických polí v experimentálnych zostavách.

Pri vytváraní magnetického poľa máme možnosť využiť cievky alebo elektromagnety. Cievka predstavuje vodič navinutý na povrch valcovitého telesa obvykle s tesným usporiadaním závitov vedľa seba s jednou vrstvou vodiča s rovnakým polomerom a spoločnou osou. Ak budeme predpokladať, že cievka je veľmi dlhá s dĺžkou l a preteká ňou prúd I , potom pre intenzitu magnetického poľa vytvoreného uprostred cievky na jej osi bude platiť [41]

$$H = \frac{NI}{l}, \quad (3.1)$$

kde N označuje počet závitov cievky. Ak označíme počet závitov na jednotku dĺžky n , $n = N/l$ potom sa vzťah (3.1) dá prepísať nasledovne

$$H = nI. \quad (3.2)$$

V reálnej situácii však má cievka konečnú dĺžku, takže vzťahy (3.1) resp. (3.2) pre ňu nebudú platiť dostatočne presne. Dá sa ukázať, že pre konečnú dĺžku cievky bude intenzita magnetického poľa v strede cievky určená vzťahom

$$H = \frac{nI}{\sqrt{1 + \left(\frac{2r}{l}\right)^2}}, \quad (3.3)$$

v ktorom, r predstavuje polomer cievky. Na prvý pohľad je zrejmé, že vzťah (3.2) predstavuje limitný prípad všeobecnejšieho vzťahu (3.3) pre $l \gg r$, čo je vlastne prípad veľmi dlhej cievky. V takejto cievke bude magnetické pole pozdĺž osi symetrie homogénne. V cievke s konečnou dĺžkou však bude situácia iná, so vzdáľovaním sa od stredu cievky bude magnetické pole na osi klesať, pre pokles je možné odvodiť vzťah

$$H = \frac{nI}{2} \left[\frac{\frac{l}{2} + a}{\sqrt{r^2 + \left(\frac{l}{2} + a\right)^2}} + \frac{\frac{l}{2} - a}{\sqrt{r^2 + \left(\frac{l}{2} - a\right)^2}} \right], \quad (3.4)$$

kde a predstavuje vzdialenosť od stredu cievky na jej osi. Obvykle nás zaujíma pokles poľa práve na okrajoch cievky, tj. hodnota intenzity magnetického poľa pre $a = l/2$. Príslušnú hodnotu poľa určíme zo vzťahu (3.4)

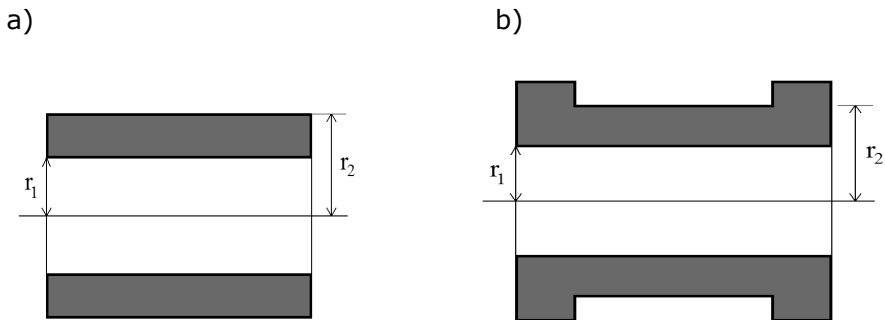
$$H = \frac{nI}{2\sqrt{1 + \left(\frac{r}{l}\right)^2}}. \quad (3.5)$$

Pre dlhú cievku je zrejmé, že hodnota intenzity magnetického poľa na jej okraji je polovičná oproti príslušnej hodnote uprostred cievky. Systematickým štúdiom priebehu intenzity magnetického poľa v cievkach s rôznym pomerom r/l sa dá jednoducho ukázať, že čím je cievka dlhšia a užšia, tým je magnetické pole v strednej časti cievky homogénnejšie. Napríklad pre cievku s dĺžkou 1 m s priemerom 2 cm je oblasť homogénneho magnetického poľa umiestená na osi cievky v oblasti do 35 cm od jej stredu, tj. má dĺžku až 70 cm. Pre posúdenie homogénnosti magnetického bolo použité kritérium, podľa ktorého sa magnetické pole nesmelo meniť o viac ako 0.1 % v celej oblasti. Ďalším zovšeobecňujúcim predpokladom je použitie cievky s väčším počtom závitov, ktorý si vyžaduje viac vrstiev vodiča. Pokiaľ je hrúbka vinutia porovnateľná so stredným priemerom cievky, vzťah (3.4) už nebude vyhovujúci a je nutné použiť všeobecnejší vzťah v tvare

$$H = \frac{nI}{2(r_2 - r_1)} \left[\left(\frac{l}{2} + a\right) \ln \frac{r_2 + \sqrt{r_2^2 + \left(\frac{l}{2} + a\right)^2}}{r_1 + \sqrt{r_1^2 + \left(\frac{l}{2} + a\right)^2}} + \left(\frac{l}{2} - a\right) \ln \frac{r_2 + \sqrt{r_2^2 + \left(\frac{l}{2} - a\right)^2}}{r_1 + \sqrt{r_1^2 + \left(\frac{l}{2} - a\right)^2}} \right], \quad (3.6)$$

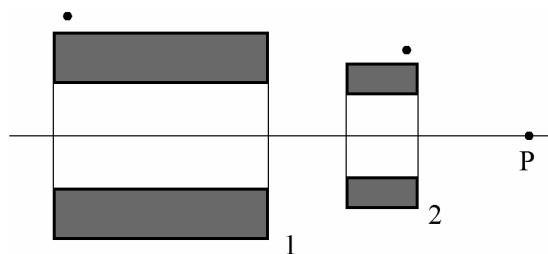
ktorý sa odvodí zo vzťahu (3.5) jeho integráciou podľa premennej r v medziach od vnútorného k vonkajšiemu priemeru cievky, tj. od r_1 k r_2 . V experimentálnej praxi sú cievky s viacerými vrstvami závitov (obr. 3.1a) veľmi často používané. Sú výhodné najmä v situáciách kedy je potrebné upraviť priestorovú závislosť priebehu magnetického poľa. Túto je možné ovplyvniť nerovnomerným rozložením závitov,

ako je to uvedené na obr. 3.1b. Uvedená úprava vedie k zväčšeniu oblasti s homogénnym magnetickým poľom vo vnútri cievky. Niekedy



Obr. 3.1a, b Cievky s rovnomerným a nerovnomerným rozložením závitov.

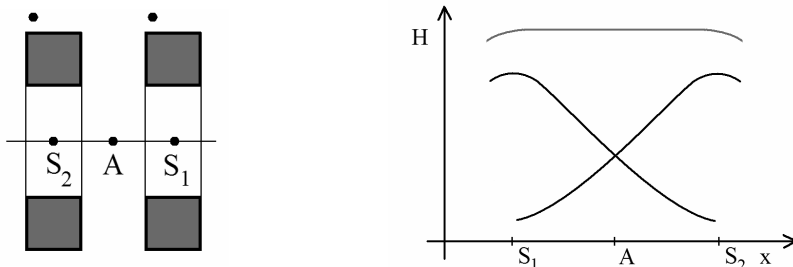
je však potrebné riešiť aj opačnú situáciu, kedy požadujeme nulové magnetické pole v blízkosti cievky pretekanej prúdom. Tento problém je možné riešiť použitím tzv. kompenzačnej cievky, ktorá je umiestnená v blízkosti hlavnej cievky tak, že majú spoločnú os, avšak opačne natočené závitov [42]. Vhodným návrhom rozmerov kompenzačnej cievky a veľkosťou kompenzačného prúdu možno doceliť vynulovanie magnetického poľa v danom bode (bod P na obr. 3.2), pre daný prúd pretekajúci hlavnou cievkou. Pokiaľ požadujeme vynulovanie magnetického poľa vo vybranom bode pre viac prúdov



Obr. 3.2. Hlavná (1) a kompenzačná (2) cievka.

pretekajúcej hlavnou cievkou (1), je nutné nájsť vzťah medzi prúdmi pretekajúcimi v hlavnej a kompenzačnej cievke (2). Najvýhodnejšie je určiť hľadaný vzťah empiricky meraním veľkosť magnetického poľa v bode P pre daný prúd tečúci hlavnou cievkou a nastavením takého prúdu v kompenzačnej cievke, ktorá vynuluje magnetické pole v požadovanom bode.

Niektoré experimenty vyžadujú vytvorenie homogénneho magnetického poľa v určitom priestore tak, aby tento priestor bol z boku prístupný. Vhodným usporiadaním pre tento účel predstavujú tzv. Helmholtzove cievky [42]. Pozostávajú z dvoch identických kruhových cievok umiestnených tak, aby mali spoločnú os a aby sa ich vzájomná vzdialenosť rovnala práve ich polomeru (obr. 3.3a). Cievky sú zapojené do série a majú závit navinuté tak, aby



Obr. 3.3 Helmholtzove cievky a priestorové závislosti intenzít magnetického poľa v každej z nich (tmavé čiary) spolu s výsledným priebehom (svetlá čiara).

vytvorené magnetické polia mali na osi rovnaký smer. Dá sa ukázať, že ak bude šírka a hrúbka každej cievky oveľa menšia ako ich polomer resp. vzdialenosť, potom pre intenzitu magnetického poľa v strede cievok bude platiť

$$H = \frac{8}{5\sqrt{5}} \frac{NI}{r} \quad (3.7)$$

Magnetické pole vo vnútri Helmholtzových cievok je oveľa homogénnejšie ako vo vnútri jednej tenkej a dlhej cievky. Napr. v bodoch S_1 a S_2 predstavujúcich stredy jednotlivých cievok je pokles intenzity magnetického poľa oproti hodnote v strede cievok iba 5%. Priestorové závislosti intenzity magnetického poľa jednotlivých cievok ako aj výslednej intenzity sú schematicky uvedené na obr. 3.3b.

Ďalším dôležitým zdrojom magnetického poľa je tzv. toroid. Ide vlastne o cievku, ktorá je stočená do kruhu tak, aby jej konce boli blízko pri sebe (obr. 3.4). Z tohto dôvodu je vzťah pre intenzitu magnetického poľa na osi toroidu totožný so vzťahom (3.1) pre dlhú a tenkú cievku. Ak uvážime súvis medzi stredným obvodom toroidu a vonkajším resp. vnútorným polomerom r_1 resp. r_2 , môžeme vzťah (3.1) uviesť v tvare

$$H = \frac{2NI}{2\pi(r_1 + r_2)} = \frac{NI}{\pi(r_1 + r_2)}. \quad (3.8)$$

Presná platnosť rovnice (3.8.) vyžaduje, aby bol toroid nekonečne



Obr. 3.4 Toroidná cievka s jadrom

tenký. Pokiaľ je relatívny rozdiel vonkajšieho a vnútorného polomeru väčší ako 10 %, začnú sa na pričnom priereze toroidu uplatňovať nehomogenity magnetického poľa. V tejto situácii určíme strednú intenzitu magnetického poľa, pre ktorú platí

$$H_s = \frac{1}{r_2 - r_1} \int_{r_1}^{r_2} \frac{NI}{2\pi r} dr = \frac{NI}{2\pi(r_1 - r_2)} \ln \frac{r_2}{r_1}. \quad (3.9)$$

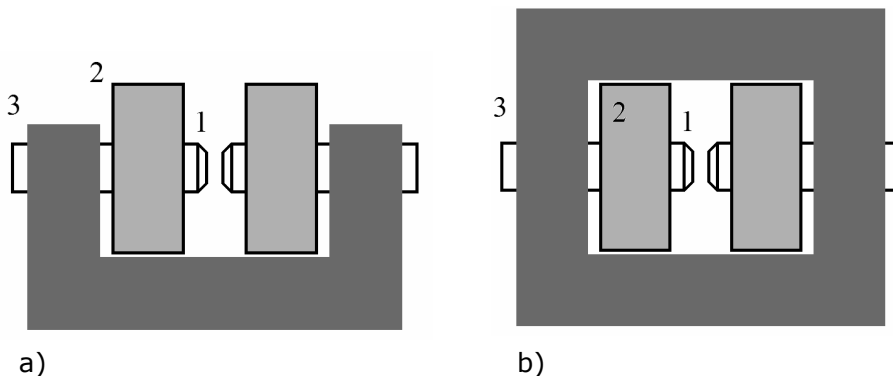
Použitím magnetizačných cievok je v bežných laboratórnych podmienkach možné dosiahnuť magnetické pole s intenzitou $4 \cdot 10^5$ A/m (čo odpovedá približne 0.5 T). V špecializovaných laboratóriách je možné dosiahnuť intenzitu o dva rády vyššiu, avšak príslušné cievky musia byť napájané výkonom rádovo MW. Vskutku, veľkosť intenzity magnetického poľa je priamo úmerná výkonu rozptýleného na cievke podľa vzťahu

$$H = G \left(\frac{P\sigma}{r\rho} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (3.10)$$

v ktorom G predstavuje geometrický faktor charakterizujúci priestorové usporiadanie vodičov cievky a distribúciu prúdu v tomto priestore, P je výkon rozptýlený na cievke, σ je plniaci faktor predstavujúci pomer objemu úplne vyplneného vodičmi k objemu, ktorý tieto vodiče zaberajú, ρ je merný odpor vodiča a r označuje vnútorný priemer cievky.

Existuje niekoľko spôsobov ako dosiahnuť magnetické polia s vyššou intenzitou. Jeden z nich využíva magneticky mäkké feromagnetické materiály. Pomocou nich sa vytvára obvod so vzduchovou medzerou, ktorá je využitá ako experimentálny priestor. Na magnetický obvod

(3), ktorý môže byť jednoduchý (obr. 3.5a), alebo dvojitý (obr. 3.5b), je upevnená dvojica cievok (2) a taktiež dvojica pólových nastavcov (1) rôznych tvarov. Tvar pólových nastavcov je obvykle valcový,

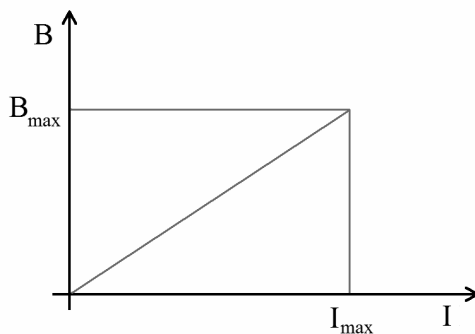


Obr.3.5a, b Príklady magnetických obvodov.

alebo má formu zrezaného kužela a určuje intenzitu a homogenitu magnetického poľa medzi nastavcami. Kuželovité nastavce umožňujú zhustenie toku siločiar na menšej ploche, čo vedie k zvýšeniu intenzity magnetického poľa, avšak s horšou homogenitou a v menšom experimentálnom priestore. Uvedené usporiadanie sa nazýva elektromagnet a umožňuje získať magnetické polia s intenzitou $5 \cdot 10^6$ A/m (približne 6 T) pre medzery medzi nastavcami o šírke 1 až 10 mm [43].

Vyššie hodnoty intenzity magnetického poľa sa pomocou elektromagnetu podarí vytvoriť vo veľmi malom priestore, čo je pre rad experimentov neprijateľné. Pre dosiahnutie vyšších magnetických polí vo väčšom priestore je nutné použiť iný prístup. Zo vzťahu (3.10) vyplýva, že ak by sa nám podarilo znížiť merný odpor vodiča, z ktorého je navinutá cievka, dosiahli by sme danú intenzitu magnetického poľa s nižším rozptýleným príkonom. V prípade ideálneho vodiča by magnet nerozptyľoval žiaden výkon. Uvedená úvaha poukazuje na výhodu použiť materiál s nulovým elektrickým odporom a tým je supravodič v supravodivom stave. Vskutku, supravodivé magnety predstavujú v súčasnosti mimoriadne efektívny spôsob vytvárania vyšších magnetických polí, preto si konštrukčné vlastnosti supravodivých magnetov všimneme podrobnejšie. Samozrejme, že supravodivé magnety sú funkčné iba pre teploty a magnetické polia nižšie ako sú kritické hodnoty príslušných veličín pre použitý supravodič. V tejto súvislosti je potrebné zdôrazniť, že hodnota kritického poľa supravodiča je teplotne závislá. Navyše, ďalší podstatný parameter, ktorým je kritická prúdová hustota, je funkciou ako teploty, tak aj magnetického poľa. Každý supravodivý magnet je preto charakterizovaný trojrozmerným diagramom, ktorého osi predstavujú kritickú teplotu, kritické magnetické pole a kritickú

prúdovú hustotu, kde je určená trojrozmerná oblasť parametrov, v ktorej sa supravodivý magnet musí pri svojej činnosti nachádzať. Pokiaľ využívame supravodivý magnet pri konštantnej teplote, najčastejšie 4.2 K, potom postačí uvažovať zjednodušený dvojrozmerný diagram udávajúci vzťah medzi prúdom pretekajúcim cez magnet a vytváraným magnetickým poľom. Uvedená závislosť je lineárna a je ohraničená zhora kritickou hodnotou prúdu, schematicky je znázornená na obr. 3.6. Smernica závislosti ako aj maximálne prípustné hodnoty prúdu a magnetického poľa sú charakteristické pre daný typ magnetu. Pri prekročení maximálnej dovolenej hodnoty prúdu môže časť vodiča cievky prejsť do normálneho stavu. Ak sa tak stane, na časti vodiča v normálnom stave dôjde k rozptyľovaniu Joulovho výkonu, čo má za následok jej ďalšie ohrievanie. Zvyšovanie teploty vodiča spôsobuje postupne prechod čoraz väčšej časti vodiča cievky do normálneho stavu čo vedie na ďalšiemu zvyšovaní ohmického odporu magnetu. Tento proces sa skončí, ak buď celý vodič cievky magnetu je už v normálnom stave, alebo celá



Obr. 3.6 Prúdová závislosť magnetického poľa generovaného supravodivým magnetom.

naakumulovaná energia v magnete je rozptýlená do okolia. Ďalším možným dôvodom je spätné ochladenie magnetu, ktoré zastaví šírenie normálneho stavu vodičom cievky, tento dôvod je však v experimentálnej praxi ťažko realizovateľný, obvykle celý magnet prejde do normálneho stavu a energia v ňom uložená sa vyžiarí do okolia. Množstvo energie uloženej v magnete je určené jeho geometriou a stavom v akom sa magnet nachádza, pre energiu môžeme písať

$$W = \frac{1}{2} LI^2, \quad (3.11)$$

L je indukčnosť magnetu v Henry, I predstavuje prúd v Ampéroch a W energiu v Jouloch. Magnety bežne používané v laboratóriách

uchovávajú energiu rádovo od jednotiek tisícov do stoviek tisícov J . Veľké magnety v laboratóriách vysokých magnetických polí uchovávajú energiu až milióny J . Uvoľnenie uvedených množstiev energie v krátkom čase môže byť pre magnet a pre jeho okolie veľmi nebezpečné. Predovšetkým je potrebné zabezpečiť, aby sa čo najväčšia časť energie dostala mimo magnet a taktiež mimo kvapalné hélium, v ktorom je obvykle magnet zaliaty. Vyvedenie časti energie z magnetu a jej premenu na tepelnú energiu zabezpečuje tzv. vyvádzač energie realizovaný ako ohmický odpor o veľkosti rádovo desiatiny Ohmu, ktorý je pripojený paralelne k magnetu. Vyvádzač energie sa obvykle umiestňuje do vnútornej nádoby kryostatu na miesto, kde teplota dosahuje približne 70 až 100 K. Uvedené umiestnenie chráni vyvádzač energie pred prehriatím a možným prepálením. Ďalej je potrebné venovať veľkú pozornosť tepelnej vodivosti samotného magnetu. Masívne uvoľňovanie tepla v ohraničenej oblasti môže viesť k lokálnemu prehriatiu časti magnetu a následne k jeho nevratnému poškodeniu. Z tohto dôvodu sa ako spojovací materiál pre supravodivé magnety používajú napr. epoxidové živice, ktoré aj pri nízkych teplotách majú vyššiu tepelnú vodivosť a uľahčujú distribúciu tepla do celého objemu magnetu.

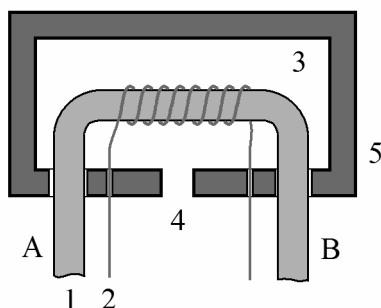
Supravodivý magnet musí byť odolný aj voči mechanickým silám, ktoré v ňom pôsobia. Vieme, že na vodič pretekaný prúdom I , ktorý sa nachádza v magnetickom poli s indukciou B , pôsobí sila F , pre ktorú platí

$$\vec{F} = \vec{I} \times \vec{B}. \quad (3.12)$$

Kedže magnetom môžu pretekať vysoké prúdy vytvárajúce silné magnetické polia, sily pôsobiace medzi závitmi cievky magnetu môžu nadobúdať extrémne vysoké hodnoty. Sily pôsobiace v osovo súmernom magnete môžeme rozložiť na osovú a radiálnu zložku. Osová zložka spôsobuje silové pôsobenie napr. medzi Helmholtzovými cievkami, alebo medzi dvojicou cievok vytvárajúcich gradient magnetického poľa. Tieto sily sú však podstatné aj v magnete pozostávajúceho z jedinej cievky a majú tendenciu stláčať k sebe jednotlivé závitky cievky [44]. Radiálna zložka sily pôsobí z osi magnetu smerom von, takže má snahu zväčšovať priemer závitky cievky. Pokiaľ sú vonkajšie a vnútorné rozmery magnetu malé, radiálne sily obvykle nepredstavujú vážny problém, pretože napínajú vodič cievky, ktorý je následne lepšie fixovaný. Pokiaľ sú však rozmery magnetu väčšie, potlačenie vplyvu radiálnych zložiek sily si vyžaduje dodatočné fixačné prvky v magnete. Zabránenie pohybu vodičov cievky pôsobením oboch zložiek síl je pre spoľahlivú prevádzku supravodivého magnetu kritické, pretože frikčný ohrev spôsobený nepatrným pohybom vodiča môže časť vodiča v mieste pohybu previesť do normálneho stavu s vyššie uvedenými dôsledkami. Je potrebné si uvedomiť, že tepelná kapacita vodiča

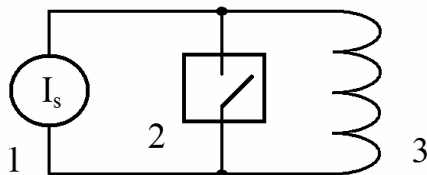
cievky ako aj ďalších konštrukčných prvkov je pri teplote 4.2 K veľmi malá, takže aj nepatrné množstvo tepla spôsobuje výrazný teplotný nárast. Potlačenie akéhokoľvek pohybu vodičov predstavuje zásadný problém, ktorý výrobcovia supravodivých magnetov riešia hlavne výberom materiálu slúžiacim ako spojivo medzi vodičmi cievky. Používajú sa predovšetkým rôzne epoxidové živice, keramika, atď. Mechanické a tepelné vlastnosti týchto materiálov sú veľmi špecifické, konkrétne charakteristiky sú starostlivo strážené výrobcom. V tejto súvislosti je vhodné uviesť tzv. training efekt. Ide o jav vyskytujúci sa predovšetkým pri magnetoch pozostávajúcich z viacerých cievok, kedy takýto magnet pri prvom, alebo druhom buzení prejde do normálneho stavu pri prúde menšom ako je maximálna hodnota prúdu stanovená výrobcom. Príčinou training efektu je pohyb vodičov v jednej zo sekcií magnetu, pri ktorej sa vodiče usadia do inej, stabilnejšej polohy. Pri starostlivo navrhnutom a kvalitne vyrobenom supravodivom magnetu sa training efekt už neobjaví, ide teda o nie príjemný, ale našťastie pre užívateľa, neopakujúci sa jav.

Supravodivé magnety majú oproti odporovým magnetom jednu veľmi podstatnú výhodu, môžu vytvárať magnetické pole bez toho, aby do nich bola dodávaná akákoľvek energia. Keď je raz v supravodivom magnetu prúd, ktorý tečie jeho cievkou, na udržanie tohto prúdu nepotrebujeme žiadnu ďalšiu energiu, pretože v ideálnom supravodiči k rozptylu energie nedochádza. Magnet sa môže nachádzať v tzv. perzistentnom stave a môže tam zotrvať ľubovoľne dlho. Pri vytváraní perzistentného stavu zohráva kľúčovú úlohu tzv. supravodivá spojka. Môžeme na ňu nazerať ako na spínač, ktorý má v zopnutom stave nulový elektrický odpor, zatiaľ čo v rozopnutom stave hodnota odporu spínača dosahuje desatiny Ohmu. Supravodivá spojka je schematicky znázornená na obr. 3. 7. Pozostáva zo supravodivého vodiča (1), na ktorého časti je navinutý odporový vodič (2), ktorý slúži ako ohrievač. Oba vodiče sú umiestnené v malej dutine (3), ktorá je spojovacím kanálíkom (4) spojená s rezervoárom kvapalného hélia. Celé usporiadanie sa nachádza v puzdre (5), ktoré



Obr. 3.7 Supravodivá spojka

ho mechanicky chráni a súčasne stabilizuje jeho teplotu. V zopnutom stave je dutina vyplnená kvapalným héliom a ohrievač je vypnutý. Keďže supravodič je v supravodivom stave, je elektrický odpor medzi bodmi A a B nulový a prúd preteká spínačom bez akýchkoľvek strát. Ak chceme spínač vypnúť, privedieme do ohrievača prúd, ktorý postupne odparí z dutiny kvapalné hélium, jeho pary prechádzajú spojovacím kanálikom do rezervoára, kde opäť skondenzujú. V dutine spínača tak zostane iba héliový plyn, ktorého tepelná vodivosť je podstatne nižšia ako tepelná vodivosť kvapaliny. Následkom zníženia tepelnej vodivosti okolia sa vyhrievaná časť supravodiča prevedie do normálneho stavu. Následne sa medzi bodmi A a B objaví nenulový odpor, spínač je „rozpojený“. Podstatné je, že ohmický odpor rozpojeného spínača je väčší než ohmický odpor cievky, ktorý ostáva nulový. Vďaka princípu činnosti, spoľahlivá zmena stavu spínača trvá jednotky minút, pretože buď musíme kvapalné hélium úplne odstrániť z komôrky, alebo naopak musíme čakať, kým sa vnútro komôrky ochladí natoľko, že sa celé zaplní kvapalným héliom. Supravodivá spojka je obvykle umiestnená v tesnej blízkosti magnetu. Pri práci s magnetom vybaveným supravodivou spojkou využívame zapojenie s prúdovým zdrojom v usporiadaní podľa obr. 3.8, ktoré pozostáva zo zdroja prúdu I_s (1), supravodivej spojky (2) a supravodivého magnetu (3). Nech je na začiatku spojka zopnutá a magnetom neprechádza žiaden prúd. Ak chceme vytvoriť pomocou magnetu magnetické pole, rozpojíme spojku, počkáme príslušný čas (cca 1 min) a následne začneme zvyšovať prúd I_s . Keďže ohmický odpor spojky je výrazne väčší ako ohmický odpor magnetu, bude prúd

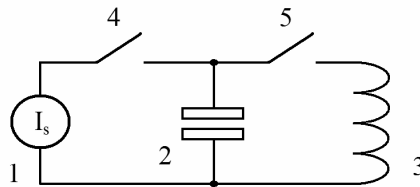


Obr. 3.8 Zaradenie spojky do obvodu supravodivého magnetu.

z prúdového zdroja tiecť priamo do cievky a nie do spojky. Hodnotu prúdu musíme zvyšovať pomaly, pretože supravodivý magnet má veľkú indukčnosť, takže prírychla zmena prúdu by mohla indukovať nebezpečne vysoké hodnoty napätia na jeho svorkách. Obvykle volíme nábeh prúdu lineárny v čase. Konkrétna hodnota rýchlosti nábehu závisí od charakteristík magnetu, nastavíme ju tak, aby indukované napätie, ktoré bude konštantné pre nábeh prúdu lineárny v čase, nepresiahlo jednotky voltov, pokiaľ experiment nevyžaduje pomalšiu zmenu magnetického poľa. Po dosiahnutí požadovanej hodnoty indukcie magnetického poľa spojku zopneme. Opäť počkáme

príslušný čas, počas ktorého sa prúd „uzamkne“ v supravodivej slučke tvorenej cievkou magnetu a spojkou. Následne postupne znižujeme prúd na nulovú hodnotu. Pri zmene magnetického poľa, alebo jeho vypnutí, musíme najskôr vybudíť zdroj prúdu na pôvodnú hodnotu prúdu. Vybudenie však môže byť podstatne rýchlejšie, pretože pri budení bude vďaka veľkej indukčnosti cievky prúd zo zdroja prechádzať spojkou a nie cievkou. Keď sú pomer ustálené a prúdy v cievke a na výstupe prúdového zdroja rovnaké, rozopneme spínač. Po rozopnutí spínačom prestáva tiecť prúd a prúdový zdroj je napojený priamo na magnet. Teraz môžeme nastaviť novú hodnotu magnetického poľa už opísaným spôsobom. Výhodou magnetu v perzistentnom stave je predovšetkým extrémne vysoká stabilita magnetického poľa, takže tento mód je vhodný pre veľmi citlivé experimenty využívajúce konštantné magnetické pole.

Pre vytváranie vysokých magnetických polí sa používajú odporové magnety, keďže vytvárané polia sú vyššie ako kritické polia dostupných supravodivých materiálov. Energetická bilancia vyžaduje, aby odporový magnet pracoval v pulznom režime. Príslušný obvod je schematicky znázornený na obr. 3.9. Pozostáva zo zdroja prúdu (1), kondenzátorovej banky (2), odporového magnetu (3) a dvojice spínačov (4,5). Generácia magnetického poľa prebieha v dvoch fázach. V prvej fáze je spínač (4) spojený a spínač (5) rozpojený.



Obr. 3.9 Obvod magnetu pracujúceho v pulznom režime.

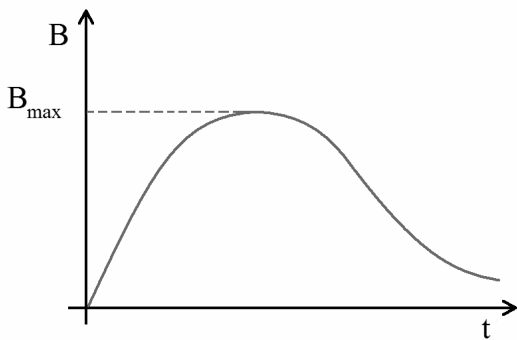
Prúdový zdroj nabíja kondenzátorovú banku konštantným prúdom I_s počas času t_s . Ak je kapacita kondenzátorovej banky C_B , po nabití bude na kondenzátorovej banke napätie U_B , pre ktoré platí

$$U_B = \frac{I_s t_s}{C_B}. \quad (3.13)$$

Energia W_B obsiahnutá v kondenzátorovej banke po nabití bude mať veľkosť

$$W_B = \frac{1}{2} C_B \left(\frac{I_s t_s}{C_B} \right)^2 = \frac{1}{2} \frac{I_s^2 t_s^2}{C_B}. \quad (3.14)$$

V druhej fáze sa rozpojí spínač (4), následne sa spojí spínač (5) a kondenzátorová banka sa cez odporový magnet vybíja. Keďže na odporový magnet môžeme nazerať ako na ideálnu indukčnosť zapojenú do série s ohmickým odporom, dostávame vlastne oscilačný obvod, ktorý je však nadkriticky tlmený. Následne, časový priebeh prúdu a tým aj magnetického poľa v magnetete nebude mať oscilačný charakter, ale bude vyzeráť tak, ako je uvedené na obr. 3.10. Celková dĺžka pulzu sa pohybuje od desiatok do stoviek milisekúnd, maximálna hodnota poľa dosahuje približne 50 – 70 T v závislosti od konštrukcie magnetu. Nabíjanie kondenzátorovej banky trvá desiatky sekúnd až minúty, podľa požadovanej hodnoty magnetického poľa. Je potrebné zdôrazniť, že maximálna hodnota magnetického poľa sa v experimentálnom usporiadaní udrží približne 1 ms, počas ktorej je



Obr. 3. 10. Časová závislosť magnetického poľa v magnetete pracujúceho v pulznom režime.

nutné vykonať príslušné meranie. Je zrejmé, že počas takého krátkeho času nie je možné vykonať meranie každej fyzikálnej veličiny, veľmi problematické sa ukazuje meranie napr. tepelnej kapacity. Najčastejšie skúmané veličiny vo vysokých magnetických poliach sú magnetizácia, elektrický odpor a taktiež elektrónová či jadrová magnetická rezonancia. Energia z kondenzátorovej banky, ktorá sa rozptýli v odporovom magnetete počas pulzu, dosahuje až desiatky MJ. Odporový magnet musí byť preto ochladzovaný kvapalným dusíkom, počas pulzu sa však jeho vnútorné časti vyhrejú temer na izbovú teplotu a dôjde k odpareniu časti kvapalného dusíka. Z tohto dôvodu je nutné po každom pulze doľahť chladiace médium a počkať, kým sa celý magnet opäť neochladí na teplotu kvapalného dusíka. Tento proces obvykle zaberie 3 až 4 hodiny. Na základe uvedených skutočností je zrejmé, že prevádzkovanie odporových magnetov vytvárajúcich vysoké magnetické polia nie je v možnostiach každého laboratória. Tieto magnety sa nachádzajú iba v niekoľkých špecializovaných laboratóriách v Európe (Forschungszentrum Drážďany, Laboratoire National des Champs

Magnetique Intenses Grenoble) a v zámorí (NHMFL Tallahassee, NHMFL Los Alamos, HMFL Osaka).

4. Základy mikrovlnnej techniky.

Systematické štúdium frekvenčných závislostí skúmaných veličín môže viesť k situácii, že vlnová dĺžka elektromagnetickej vlny vo vákuu bude porovnateľná z rozmermi experimentálnej zostavy. V tejto situácii, ktorá nastáva pri frekvenciách vyšších ako 1 GHz, sa veľkosť intenzity elektrického a magnetického poľa mení nielen v čase, ale aj pozdĺž meracieho obvodu. Vzniká usporiadanie, ktorému hovoríme sieť s rozloženými parametrami. Pri teoretickom rozbere siete s rozloženými parametrami už nie je možné uvažovať prístup založený na kvázistacionárnom priblížení, ale je nutné vychádzať z Maxwellových rovníc s danými počiatočnými a okrajovými podmienkami. V tejto časti si rozoberieme šírenie signálu s veľmi vysokou frekvenciou rôznymi mikrovlnnými prvkami predovšetkým vlnovodmi a dutinovými rezonátormi a priblížime si vlastnosti vybraných prvkov mikrovlnných aparátúr.

4.1 Vlastnosti elektromagnetického poľa vo vlnovode a dutinovom rezonátore.

Najskôr si podrobnejšie ozrejníme vznik módu elektromagnetického poľa vo vlnovode a v dutinovom rezonátore. Vlastnosti elektromagnetického poľa sú opísané sústavou Maxwellových rovníc, ktoré v diferenciálnom tvare vyjadrujú základné zákony elektrodynamiky. Konkrétnejšie, Faradayov zákon elektromagnetickej indukcie (4.1a), zovšeobecnený Ampérov zákon (4.1b) a Gaussove zákony pre elektrické a magnetické pole (4.1c a 4.1d)

$$\nabla \times \vec{E} + \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = 0 \quad (4.1a)$$

$$\nabla \times \vec{H} - \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \vec{j} \quad (4.1b)$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (4.1c)$$

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho. \quad (4.1d)$$

Z uvedenej sústavy rovníc je možné sformulovať rovnicu kontinuity, ktorá vyjadruje zákon zachovania elektrického náboja

$$\nabla \cdot \vec{j} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0. \quad (4.2)$$

Ak budeme predpokladať časovú závislosť riešenia sústavy (4.1) v tvare $E(t) = E(\omega)e^{i\omega t}$, potom je možné sústavu (4.1) upraviť nasledovne

$$\nabla \times \vec{E} = i\omega\vec{B} \quad (4.3a)$$

$$\nabla \vec{H} = -i\omega\vec{D} + \vec{j} \quad (4.3b)$$

$$\nabla \vec{B} = 0 \quad (4.3c)$$

$$\nabla \vec{D} = \rho \quad (4.3d)$$

V homogénnom izotropnom prostredí je $\vec{D} = \epsilon\vec{E}$ a $\vec{B} = \mu\vec{H}$, čo umožňuje predpokladať závislosť riešenia sústavy (4.3) v tvare rovinných vln $\vec{E}(\vec{r}, t) = \vec{E}_0 \exp(i\vec{k}\vec{r} - \omega t)$, kde \vec{k} je vlnový vektor. V prostredí bez voľných nábojov je možné ďalšie zjednodušenie sústavy (4.3)

$$\vec{k} \times \vec{E} = \omega\vec{B} \quad (4.4a)$$

$$\vec{k} \cdot \vec{B} = 0 \quad (4.4b)$$

$$\vec{k} \times \vec{H} = -\omega\vec{D} \quad (4.4c)$$

$$\vec{k} \cdot \vec{D} = 0. \quad (4.4d)$$

Zo sústavy (4.3) je možné sformulovať tzv. vlnovú rovnicu

$$(\nabla^2 + k^2)\vec{E} = 0 \quad (4.5)$$

popisujúcu šírenie rovinatej elektromagnetickej rovinatej vlny v homogénnom izotropnom prostredí bez voľných nábojov. Podmienku riešiteľnosti sústavy (4.4) určíme nasledovne: Rovnicu 4.4a vynásobíme vektorovo zľava \vec{k}

$$\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E}) = \omega(\vec{k} \times \vec{B}) \quad (4.6)$$

Získaný vzťah môžeme ďalej upraviť postupne s využitím rovnice (4.4c), kde $\vec{B} = \mu\vec{H}$ a vzťahu $\vec{D} = \epsilon\vec{E}$

$$\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E}) = \omega\mu(\vec{k} \times \vec{H}) = -\omega^2\mu\vec{D} = -\omega^2\mu\epsilon\vec{E}. \quad (4.7)$$

Na druhej strane výraz $\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E})$ môžeme upraviť s využitím identity známej s vektorového počtu

$$\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E}) = k^2\vec{E} - (\vec{k} \cdot \vec{E})\vec{k} = k^2\vec{E}, \quad (4.8)$$

kde sme pri poslednej úprave využili skutočnosť, že vektory \vec{E} a \vec{k} sú na seba v homogénnom izotropnom prostredí kolmé. Porovnaním pravých strán rovníc (4.7) a (4.8) dostaneme rovnicu

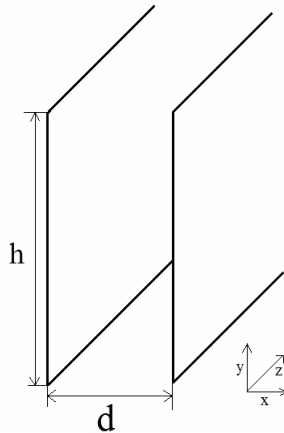
$$(k^2 - \omega\mu\epsilon)\vec{E} = 0 \quad (4.9)$$

Rovnica (4.9) má netriviálne riešenie práve vtedy, ak platí

$$k^2 - \omega\mu\epsilon = 0 \quad \text{resp.} \quad \omega = \frac{k}{\sqrt{\mu\epsilon}}. \quad (4.10)$$

Vzťah medzi kruhovou frekvenciou ω a veľkosťou k vlnového vektora \vec{k} sa nazýva disperzný vzťah, kde konštanta úmernosti $1/\sqrt{\mu\epsilon}$ vyjadruje rýchlosť šírenia rovinatej vlny v danom prostredí.

V ďalšom uvážime vplyv okrajových podmienok na šírenie vlny v danom prostredí. Konkrétnejšie, budeme sa zaoberať šírením elektromagnetických vln v homogénnom izotropnom prostredí, ktoré je ohraničené dvoma vodivými doskami (obr. 4.1). Riešenie budeme predpokladať v tvare rovinných vln šíriacich sa v smere z , navyše



Obr. 4.1 Homogénne izotropné prostredie ohraničené dvoma vodivými doskami.

vzhľadom k platnosti podmienky $h \gg d$ je možné zanedbať vplyv okrajových polí a tým aj priestorovú závislosť v smere y , tj. $\partial/\partial y = 0$. Z Maxwellových rovníc (4.1) pre x -ové a z -ové zložky vektorov elektrickej a magnetickej intenzity \vec{E} a \vec{H} dostávame [45]

$$H_x = -\frac{1}{i\omega\mu} \frac{\partial E_y}{\partial z} \quad (4.11a)$$

$$H_z = \frac{1}{i\omega\mu} \frac{\partial E_y}{\partial x} \quad (4.11b)$$

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} + k^2 \right) E_y = 0 \quad (4.11c)$$

$$E_x = \frac{1}{i\omega\epsilon} \frac{\partial H_y}{\partial z} \quad (4.12a)$$

$$E_y = -\frac{1}{i\omega\epsilon} \frac{\partial H_y}{\partial x} \quad (4.12b)$$

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} + k^2 \right) H_y = 0 \quad (4.12c)$$

Je zrejmé, že uvedené zložky sú vyjadrené pomocou E_y a H_y , ktoré vyhovujú vlnovej rovnici. V uvedenom usporiadaní sa vlny šíria v smere z . Ak teda predpokladáme harmonickú časovú závislosť riešenia, môžeme pre priestorovú a časovú závislosť písať v tvare $\exp(ik_z z - \omega t)$. Následne, môžeme v rovniciach (4.11) a (4.12) nahradiť $\partial/\partial z$ výrazom ik_z . Elektromagnetické vlny šíriace sa v prostredí medzi dvoma vodivými doskami možno rozdeliť do troch skupín :

1. Transverzálne elektromagnetické (TEM) vlny resp. módy – pre tieto módy sú obe zložky, E_z a H_z nulové. Následne, uvedené módy nevykazujú žiadnu priestorovú závislosť v smere osi x a y .
2. Transverzálne elektrické (TE) vlny resp. módy – pre nich je E_z nulové. TE módy dostaneme ako riešenie sústavy rovníc (4.11).
3. Transverzálne magnetické (TM) vlny resp. módy – pre nich je H_z nulové. TM módy dostaneme ako riešenie sústavy rovníc (4.12).

Uvážme najskôr TEM módy. Z teórie elektromagnetického poľa vyplýva, že pri interakcii elektromagnetického poľa s ideálne vodivým prostredím musí byť na hranici prostredia tangenciálna zložka elektrickej intenzity nulová. Pokiaľ by tomu tak nebolo, tiekol by v prostredí nekonečne veľký elektrický prúd. Pre vektory elektrickej a magnetickej intenzity \vec{E} a \vec{H} TEM módov môžeme preto písať

$$\vec{H} = \vec{y} H_0 e^{ik_z z} \quad (4.13)$$

$$\vec{E} = \vec{x} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} H_0 e^{ik_z z} \quad (4.14)$$

V prípade TEM módov je elektrické pole kolmé na vodivé dosky, zatiaľ čo magnetické pole je s doskami rovnobežné. Šírenie vlny je určené disperzným vzťahom (4.10). Pokiaľ bude prostredie medzi vodivými doskami stratové, šíriaca sa vlna bude postupne tlmená. Obdobne dôjde k tlmeniu pokiaľ dosky nie sú ideálne vodivé, vtedy časť elektromagnetického poľa prenikne do dosiek, kde je postupne tlmená vďaka nenulovému odporu dosák.

V ďalšom sa budeme zaoberať TE vlnami, ktoré dostaneme ako riešenie sústavy 4.11. Hraničná podmienka vyžaduje, aby $E_y = 0$ pre obe platne, čo vedie k riešeniu v tvare

$$E_y = E_0 \sin k_x x e^{ik_z z}, \quad (4.15)$$

pričom

$$k_x = \frac{m\pi}{d}, \quad (4.16)$$

kde m je prirodzené číslo označujúce príslušný mód. Dosadením rovnice (4.15) do (4.11c) dostaneme vzťah udávajúci podmienku pre bezstratové šírenie vlnenia

$$k_z = \left[k^2 - \left(\frac{m\pi}{d} \right)^2 \right]^{1/2}. \quad (4.17)$$

Vidíme, že pre $k < m\pi/d$ bude k_z rýdzo imaginárne, $k_z = ik$. V tejto situácii bude TE vlna popísaná rovnicou

$$E_y = E_0 \sin k_x x e^{-kz}, \quad (4.18)$$

z ktorej vyplýva, že takáto vlna bude exponenciálne tlmená. Hraničná situácia nastáva pre $k_z = 0$. Možno očakávať, že ak pre šírenie vlny bez útlmu existuje podmienka pre veľkosť k_z bude existovať aj obdobná podmienka pre kruhovú frekvenciu. Vskutku, ak do rovnice (4.17) dosadíme vzťah (4.10) a položíme $k_z = 0$, dostaneme podmienku pre kruhovú frekvenciu pre bezstratové šírenie m -tého módu TE_m

$$\omega_c = \frac{m\pi}{d\sqrt{\epsilon\mu}} \quad (4.19)$$

Poznamenajme, že mód TE₀ neexistuje, nakoľko polozenie $m = 0$ vedie iba na triviálne riešenie bez prítomnosti elektromagnetickej vlny. Uvážme podrobnejšie šírenie módov TE₁ a TE₂. Bezstratové šírenie módu TE₁ vyžaduje splnenie nasledovných podmienok

$$k_c = \frac{\pi}{d} \Rightarrow kd > \pi \text{ odtiaľ } \frac{2\pi}{\lambda} > \pi \Rightarrow \frac{\lambda}{2} < d \text{ a } \omega > \frac{\pi}{d\sqrt{\epsilon\mu}} \quad (4.20)$$

Obdobne, mód TE₂ sa bude šíriť bez strát ak bude platiť

$$k_c = \frac{2\pi}{d} \Rightarrow kd > 2\pi \text{ odtiaľ } \frac{2\pi}{\lambda} > 2\pi \Rightarrow \lambda < d \text{ a } \omega > \frac{2\pi}{d\sqrt{\epsilon\mu}}, \quad (4.21)$$

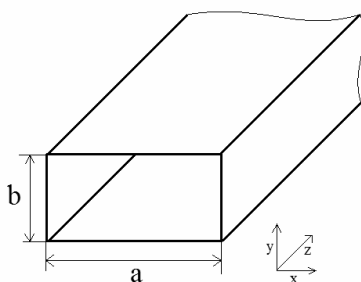
kde k_c je kritická hodnota vlnového vektora, kedy sa ešte vlnenie šíri bez strát. Vidíme, že ak nastavíme vlnovú dĺžku elektromagnetického vlnenia tak, aby platilo $d < \lambda < 2d$, bude sa v priestore medzi vodivými doskami šíriť bez strát iba mód TE_1 a žiaden ďalší (tzv. jednomódový režim). Získaný výsledok je pre nás veľmi dôležitý, pretože v jednomódovom režime je výpočet priestorového rozloženia intenzít elektrického a magnetického poľa oveľa jednoduchší ako v situácii, keď sa v priestore šíri viacero módov súčasne.

Čo sa týka TM módov, postup je obdobný ako v prípade TE módov. Riešime sústavu 4.12 s uvážením okrajových podmienok, riešenie dostaneme v tvare

$$H_y = H_0 \cos k_x x e^{ik_z z}, \quad (4.22)$$

kde k_x je opäť určené vzťahom (4.16). Podmienku pre bezstratové šírenie TM módov získame takým istým spôsobom ako pre TE módy. Zásadný rozdiel oproti riešeniu pre TE módy je v tom, že pre TM módy existuje mód TM_0 odpovedajúci módu TEM.

Z predošlých úvah je zrejmé, že ohraničenie prostredia v ktorom sa šíri elektromagnetická vlna vodivými doskami v jednom rozmere priestoru vedie k vzniku módov charakterizovaných jediným indexom (v našom prípade m), ktorý sa objaví v dôsledku nutnosti splniť okrajové podmienky na vodivých stenách. Položme si otázku, čo sa stane, ak zavedieme obmedzenie v dvoch rozmeroch priestoru, čím dostaneme prvok bežne používaný pre prenos elektromagnetického poľa s veľmi vysokými frekvenciami, tzv. vlnovod. Príkladom vlnovodu je pravoúhly vlnovod, ktorý je znázornený na obr. 4.2. Riešenie problému šírenia elektromagnetických vln v pravoúhly vlnovode je



Obr. 4.2 Pravoúhly vlnovod

podobné ako v predchádzajúcej situácii a vedie ku vzniku TE a TM módov. Pre ilustráciu uvedme vzťahy pre priestorovú závislosť H_z a E_z pre TE a TM módy

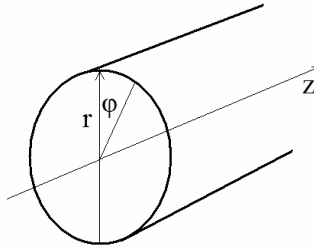
$$H_z = H_{mn} \cos \frac{m\pi x}{a} \cos \frac{n\pi y}{b} e^{ik_z z} \quad (4.23a)$$

$$E_z = E_{mn} \sin \frac{m\pi x}{a} \sin \frac{n\pi y}{b} e^{ik_z z}, \quad (4.23b)$$

kde podmienka pre šírenie módu bez strát, resp. vzťah pre kritickú hodnotu vlnového vektora sú dané vzťahmi

$$k_z = \sqrt{k^2 - \left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 - \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2} \quad k_c = \sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2}. \quad (4.24)$$

V uvedenom usporiadaní sa teda objavujú TE_{mn} a TM_{mn} módy charakterizované dvojicou indexov m a n . K obdobnému záveru možno dôjsť pri riešení problému šírenia sa elektromagnetických vln vo valcovom vlnovode znázornenom na obr. 4.3. Z hľadiska techniky



Obr. 4.3 Valcový vlnovod

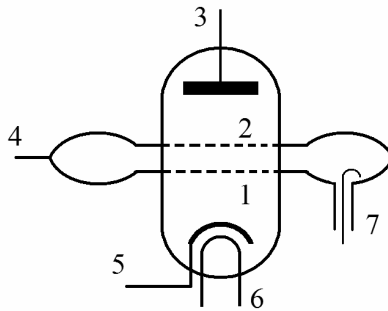
výpočtu je vzhľadom k valcovej symetrii vlnovodu najvýhodnejšie tento problém riešiť v cylindrických súradniciach. Riešením sú opäť TE_{mn} a TM_{mn} módy, kde sa dá ukázať, že priestorová závislosť H_z a E_z v rovine kolmej na smer šírenia je určená Besselovými funkciami n -tého rádu.

Ak uvážime prítomnosť elektromagnetických vln v dutinových rezonátoroch, ako ohraničených častiach pravouhlych či valcových vlnovodov, opäť použitím už uvedeného postupu dostaneme riešením Maxwellových rovníc TE a TM módy. Vzhľadom k tomu, že dutinový rezonátor je objekt ohraničený vo všetkých troch rozmeroch priestoru, nemalo by prekvapiť, že príslušné módy sú typu TE_{lmn} a TM_{lmn} , tzn. že na ich charakterizáciu potrebujeme trojicu indexov. Opäť platí, že pre vhodne zvolenú vlnovú dĺžku bude v rezonátore prítomný iba jeden mód, čo sa s výhodou využíva pri výpočte vzťahov pre zmenu rezonančnej frekvencie a činiteľa akosti dutinového rezonátora po vložení skúmanej vzorky.

4.2 Prvky mikrovlnných zostáv

Každá mikrovlnná zostava musí byť schopná vygenerovať príslušný vysokofrekvenčný signál, definovaným spôsobom ho preniesť na požadované miesto a tam určiť jeho vlastnosti. Pre splnenie tejto úlohy je potrebný rad technických prvkov, ktoré si v ďalšom priblížime.

Pre generáciu elektromagnetickej vlny s frekvenciou rádovo GHz sa v súčasnosti používajú tzv. klystróny, magnetrony, alebo Gunnove diódy[46]. V laboratórnej praxi sú najbežnejšie klystróny, ktoré pracujú na princípe modulácie elektrónového zväzku. Klystrón je schematicky znázornený na obr. 4.4. Obsahuje mriežky (1,2)

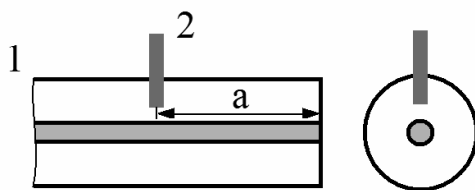


Obr. 4.4 Schematické znázornenie klystrónu

vytvárajúce dutinový rezonátor (4), v ktorom sa vytvára elektromagnetická vlna. Elektróny sú emitované z katódy (5), ktorá má nepriame žeravenie (6). Kladné napätie rezonátora (4) ich priťahuje, zatiaľ čo záporné napätie na reflektore (3) im bráni v prieniku do jeho blízkosti. V dôsledku vlastností rezonátora vytvorí sa medzi jeho mriežkami elektromagnetické pole s frekvenciou rovnou vlastnej frekvencii tohto rezonátora. Vytvorené elektromagnetické pole spätne vplyva na elektróny prichádzajúce od katódy, takže do zhlukovacieho priestoru medzi mriežkami prichádzajú elektróny s rôznymi počiatočnými rýchlosťami. Čím je rýchlosť elektrónov väčšia, tým bližšie k reflektoru sa dostanú a tým dlhší čas zotrávajú v jeho okolí. Naspäť sa vracajú spolu s pomalšími elektrónmi. Odrazené elektróny sa takto formujú do zhlukov, pričom hustota elektrónového zväzku je modulovaná s frekvenciou rovnou vlastnej frekvencii rezonátora. Vysokofrekvenčné elektromagnetické pole z rezonátora klystrónu dosahuje maximum výkonu práve vtedy, keď sú vlastné kmity rezonátora a modulácia hustoty odrazených elektrónov vo fáze. V tejto situácii odovzdávajú odrazené elektróny najviac energie vysokofrekvenčnému poľu v rezonátore. Ak sa elektróny odrazené od reflektora vracajú v iných časových okamihoch ako je čas maximálnej amplitúdy elektrického poľa medzi mriežkami

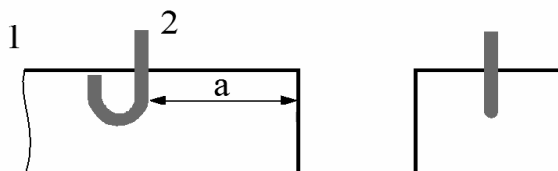
rezonátora, bude generovaný výkon menší. Pokiaľ sa elektróny vracajú v čase zápornej polperiódy kmitov, teda v protifáze, dôjde k odsatiu energie elektromagnetického poľa elektrónmi a kmity ustanú. Ku generácii vysokofrekvenčného poľa teda dochádza iba pre vybrané intervaly hodnôt reflektorového napätia tzv. zóny. V danej zóne je možné meniť výkon vyžarovaného elektromagnetického poľa zmenou napätia na rezonátore (4), veľkosť výkonu je možné merať pomocou antény (7). Poznamenajme, že v danej zóne je možné meniť aj frekvenciu generovaného elektromagnetického poľa a to zmenou rozmerov rezonátora, relatívna zmena frekvencie dosahuje asi 10 %. Veľkou výhodou klystróna je jeho nízky šum, nevýhodou je nižšia časová stabilita, ktorá sa však dá zlepšiť vhodným stabilizačným obvodom so spätnou väzbou. Pracovné charakteristiky klystróna sú však teplotne závislé, z tohto dôvodu je nutné zabezpečiť dostatočne kvalitnú teplotnú stabilizáciu klystróna. V experimentálnej praxi sa klystrón umiestňuje do nádoby s olejom, ktorý slúži ako teplotný rezervoár pre chladenie a stabilizáciu teploty.

Pre vytvorenie väzby medzi rôznymi časťami vysokofrekvenčného obvodu používame väzobné prvky tvorené väzobnými sondami, slučkami, prípadne otvormi. Väzobná sonda (obr. 4.5) predstavuje najjednoduchší spôsob väzby. Realizuje sa veľmi jednoducho, napr.



Obr. 4.5 Väzobná sonda realizovaná valčekom, pohľad z boku (vpravo) a pohľad z boku (vľavo)

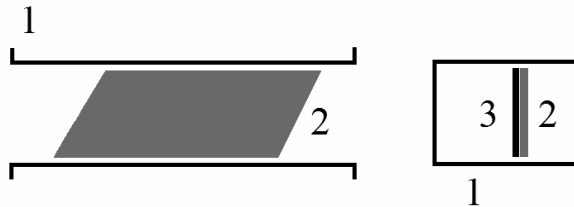
do súosého vlnovodu (1) umiestnime sondu tvorenú vodivým valčekom (2) do vhodnej vzdialenosti a od konca vlnovodu uzavretého nakrátko. Obvykle sa sonda umiestňuje do miesta s najväčšou zložkou intenzity elektrického poľa, tj. do vzdialenosti



Obr. 4.6 Väzobná sonda realizovaná slučkou, pohľad z boku (vpravo) a pohľad z boku (vľavo)

$a = n\lambda/4$, kde je väzba maximálna. Pokiaľ chceme uskutočniť väzbu cez magnetické pole, použijeme slučku (obr. 4.6), taktiež vo vzdialenosti kde je väzba maximálna, $a = n\lambda/4$ od konca vlnovodu uzavretého nakrátko. Poloha slučky voči osi vlnovodu závisí od typu vybudených módo. Pri budení módov TE sa budí pozdĺžne magnetické pole a rovina slučky je kolmá na pozdĺžnu os vlnovodu. Pokiaľ sa budia módy TM, je pri maximálnej väzbe rovina slučky rovnobežná s pozdĺžnou osou vlnovodu.

Pokiaľ potrebujeme regulovať výkon vo vlnovode použijeme k tomu zoslabovač [48]. Zoslabovač môže byť realizovaný ako odporový, alebo odrazový. Odporový zoslabovač je schematicky znázornený na obr. 4.7. V obdĺžnikovom vlnovode (1) je umiestnená pohyblivá

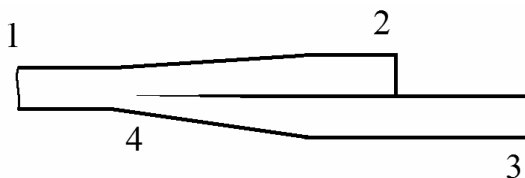


Obr. 4.7 Schematické znázornenie odporového zoslabovača

kovová vrstva (2), ktorá je naparená na napr. sklenenej doštičke (3). Rovina doštičky je rovnobežná s pozdĺžnou osou vlnovodu, pričom doštička sa môže pohybovať kolmo na túto rovinu. Zmenou polohy doštičky sa mení veľkosť intenzity elektrického poľa, v ktorom sa doštička nachádza a tým aj miera premeny energie elektromagnetického poľa na Joulove teplo. Ako alternatívu je možné použiť na doštičke stratové dielektrikum. Maximálny absorbovaný výkon je pre doštičku umiestnenú práve v osi vlnovodu, najmenší výkon sa bude absorbovať, pokiaľ bude doštička pri stene vlnovodu. Útlm uvedeného zoslabovača je možné meniť v rozsahu 0.1 až 50 dB. Odrazové zoslabovače sú konštrukčne náročnejšie a používajú sa predovšetkým v kruhových a súosiach vlnovodoch. Predstavujú vlastne úsek vlnovodu, v ktorom je jeho priečny rozmer menší ako polovica vlnovej dĺžky prenášanej vlny, takže dôjde k jej exponenciálnemu útlmu. Zvláštnym typom zoslabovača je tzv. feritový izolátor, ktorý sa používa k oddeleniu generátora vysokofrekvenčného poľa od záťaže, napr. dutinového rezonátora. Feritový izolátor využívajúci Faradayov jav je charakteristický veľmi malým útlmom (≈ 0.5 dB) pre vlnu postupujúcu od zdroja k záťaži, ale veľkým útlmom (≈ 40 dB) pre vlnu, ktorá sa od záťaže odrazila.

Pre rozdelenie prenášaného výkonu do dvoch, alebo viacerých úsekov vlnovodu používame tzv. rozvetvené diely, ktoré môžeme realizovať vo forme deličov výkonu, tzv. smerových odbočníc a tzv. mostíkového T. Deliče výkonu predstavujú najjednoduchší spôsob

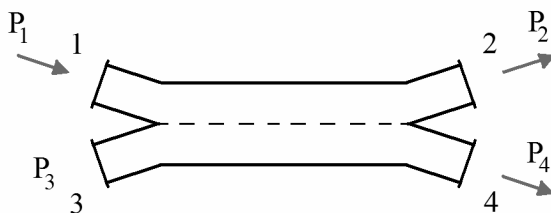
realizácie rozvetveného dielu. Na obr. 4.8 je uvedený príklad rozvetveného dielu pre konštantný pomer rozdelenia výkonov.



Obr. 4.8 Smerová odbočnica pre konštantný pomer rozdelenia výkonov

Obdĺžnikový vlnovod (1) sa v mieste rozšírenia (4) delí na dve vetvy, hornú (2) a spodnú (3), v ktorej plochy pričného prierezu postupne narastajú až na pôvodnú hodnotu plochy pričného prierezu vlnovodu (1). Pokiaľ sa rozšírenie uskutoční na dĺžke rovnej polovice vlnovej dĺžky prenášanej elektromagnetickej vlny, dá sa ukázať, že pomer plôch pričných prierezov v mieste rozšírenia určí pomer výkonov vln v jednotlivých vetvách. Horná vetva (2) je stočená o 90° , zatiaľ čo dolná vetva (3) pokračuje priamym smerom.

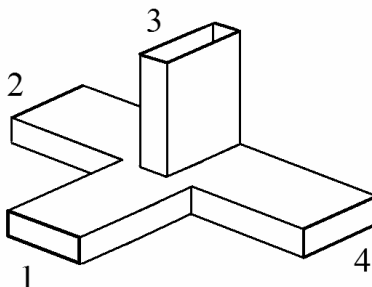
Smerová odbočnica (obr. 4.9) pozostáva z dvojice vlnovodov, ktoré sú zviazané štrbinami. Skladá sa zo štyroch vetiev, v ktorej sa výkon neprenesie medzi dvojicami 1 a 3, resp. 2 a 4, pokiaľ nedôjde k odrazu na záťažiach, ktoré sú k týmto vetvám pripojené. Pokiaľ bude jedna vetva, napr. vetva 4, zakončená charakteristickou impedanciou, bude absorbovať celý dopadajúci výkon a žiadny výkon sa neodrazí späť. V tejto situácii výkon prichádzajúci cez vetvu 1 sa rozdelí do vetví 2 a 4 a časť výkonu odrazená od záťaže vo vetvi 2 prejde do vetvy 3.



Obr. 4.9 Smerová odbočnica realizovaná dvojicou vlnovodov so vzájomnou väzbou

Na mostíkové T (obr. 4.10) je možné nazerať ako na špeciálny prípad smerovej odbočnice. Činnosť mostíkoveho T využíva

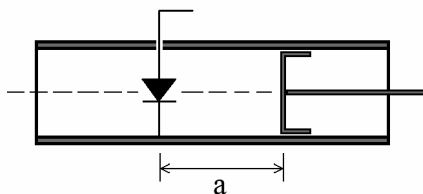
polarizáciu vlny v obdĺžnikovom vlnovode, pre ktoré sa tento prvok najčastejšie využíva. Vetvy 2 a 4 sú časťou obdĺžnikového vlnovodu, ku ktorého širšej strane je pripojená vetva 3 (tzv. rameno E), zatiaľ čo k užšej strane je pripojená vetva 1 (tzv. rameno H). Vďaka



Obr. 4.10 Smerová odbočnica realizovaná vo forme mostíkového T

polarizácii sa výkon vychádzajúci z ramena H rozdelí do vetiev 2 a 4 a žiadna časť výkonu neprejde do ramena E. Výkony odrazené od záťaží vo vetvách 2 a 4 prejdú, opäť vďaka polarizácii, iba do vetiev 1 a 3. Mostíkové T sa v technike veľmi vysokých frekvencií používa napr. pri meraní impedancií, pri zostavovaní impedančných transformátorov, vo frekvenčných detektoroch, atď.

Pre meranie výkonu elektromagnetického poľa sa najčastejšie používa detekčná dióda s držiakom. Držiak je tvorený časťou vlnovodu, ktorý je na jednom konci zakončený nakrátko. Dióda je umiestnená do miesta s najväčšou intenzitou elektrickej zložky vysokofrekvenčného poľa, je vzdialená od zakončenia o vzdialenosť približne $a \approx \lambda/4$. Najväčšie napätie bude detekované vtedy, ak pomer stojatých vln vo vlnovode bude rovný práve jednej. Vytvorenie tejto situácie vyžaduje optimálne impedančné prispôsobenie držiaka k vlnovodu (obr. 4.11). Zmenu impedancie držiaka je možné dosiahnuť použitím pohyblivého piesta na konci držiaka, pri



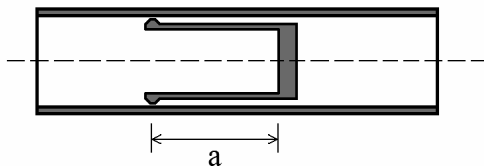
Obr. 4. 11 Umiestnenie detekčnej diódy vo vlnovode

optimálnej polohe piesta bude imaginárna zložka impedancie nulová. Detekčná dióda je obvykle hrotová kremíková valcovitého tvaru. Poloha diódy v držiaku je taká, aby os valca bola rovnobežná so

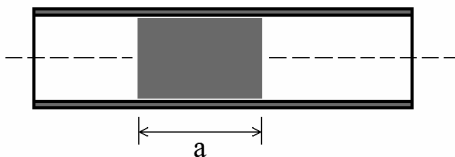
smerom vektora intenzity elektrického poľa vo vlnovode. Dióda detekuje vysokofrekvenčné pole vo svojom okolí, detekovaný signál je zbavený nosnej frekvencie použitím tlmivky, alebo kondenzátora, takže na merací prístroj sa dostane iba jednosmerná zložka.

Pokiaľ je potrebné merať malé výkony vysokofrekvenčného poľa, je výhodné použiť bolometer. Bolometer pre uvedený účel predstavuje malé odporové teleso, ktoré sa pri dopade vysokofrekvenčného výkonu zahreje, čím dôjde k zmene jeho elektrického odporu. Po kalibrácii je možné zo zmeny elektrického odporu usudzovať na veľkosť dopadajúceho vysokofrekvenčného výkonu. Rozmery bolometra musia byť dostatočne malé ($< 0.1\lambda$), aby bolo možné považovať rozloženie vysokofrekvenčného poľa pozdĺž bolometra za konštantné. V tejto situácii vysokofrekvenčný výkon vyvolá rovnakú mieru ohrevu ako výkon jednosmerný, čo je možné s výhodou využiť pri kalibrácii bolometra. Pre umiestnenie bolometra platia rovnaké požiadavky ako pre detekčnú diódu, predovšetkým z hľadiska impedančného prispôsobenia, takže bolometre sa umiestňujú do podobných držiakov, aké sa používajú pre detekčné diódy.

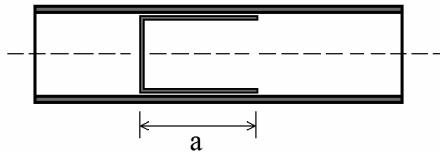
V mikrovlnných zostavách je v niektorých situáciách pre prenos definovaného výkonu z jednej časti do druhej ako aj pre kalibračné merania, alebo merania impedancií nutné zakončiť vlnovod nakrátko. Najjednoduchšie zakončenie nakrátko sa dá vytvoriť pomocou doštičky vyplňajúcej celý prierez vlnovodu s hrúbkou podstatne väčšou ako je hĺbka vniku. Pokiaľ sa podarí vytvoriť ideálne tesný kontakt medzi doštičkou a stenou vlnovodu, bude doštička predstavovať ideálne zakončenie nakrátko. V experimentálnej praxi však často potrebujeme zakončenia, ktorými sa dá vo vnútri vlnovodu pohybovať. V prípade pohyblivých zakončení je však veľmi ťažké dodržať tesný kontakt medzi zakončením a vlnovodom. Výhodnejšie sa ukazujú zakončenia s posuvnými kontaktami, alebo kapacitné, či tlmivkové zakončenia [4]. Zakončenie s posuvnými kontaktami (obr. 4.12a) vyžaduje tesný kontakt so stenou vlnovodu iba na malom



Obr. 4.12a Skratovací piest s kontaktami v mieste minima prúdu



Obr. 4.12b Kapacitný skratovací piest



Obr. 4.12c Tlmivkový skratovací piest

priestore, ktorý je od miesta uzatvárajúce vlnovod posunutý o vzdialenosť $a = \lambda/4$. V mieste dotyku zakončenia a vlnovodu je tangenciálna zložka magnetického poľa minimálna a kontaktami tečie minimálny prúd. Nevýhodou zakončenia s posuvnými kontaktami je malá životnosť kontaktov spôsobená mechanickým opotrebovaním. Častejšie sa preto používajú kapacitné, alebo tlmivkové zakončenia (obr. 4.12b, 4.12c), kde sa použitím dielektrika, alebo vodivého materiálu vhodného tvaru dosiahne výrazné zníženie charakteristickej impedancie vlnovodu. Uvedené zakončenia dokážu odraziť až 99 % energie dopadajúcej vlny. Alternatívou k diskutovaným zakončeniam je zakončenie odporom. Ide vlastne o odporový zoslabovač, ktorý je nastavený tak, aby absorboval maximum dopadajúceho výkonu, absorpčná doštička je teda trvale umiestnená v osi vlnovodu v maxime elektrickej intenzity. V prípade, že odporový zoslabovač absorbuje celý dopadajúci výkon, bude činiteľ odrazu záťaže nulový a vlnovod s takým zoslabovačom sa bude chovať ako nekonečne dlhý vlnovod.

4.3 Meranie charakteristických parametrov v mikrovlnných zostavách

V ďalšej časti sa zmienime o meraniach vybraných veličín v oblasti veľmi vysokých frekvencií, podrobnejšie sa budeme venovať určeniu frekvencie a činiteľa akosti dutinového rezonátora.

Pri určovaní frekvencie elektromagnetického poľa používame rezonančné metódy s využitím rezonančných a heterodynných vlnomerov. Princíp meracích metód je obdobný ako v prípade merania signálu s nižšími frekvenciami. Bežný rezonančný vlnomer obsahuje rezonančný obvod s veľkým činiteľom akosti, ktorý pozostáva z indukčnosti o známej veľkosti a laditeľného kondenzátora. Vlnomer má slabú väzbu s obvodom, v ktorom chceme určiť frekvenciu signálu. Mieru väzby nastavujeme napr. vzájomnou polohou cievky vlnomera a cievky meraného obvodu. Najväčší prenos energie medzi vlnomerom a meraným obvodom nastane práve vtedy, keď rezonančná frekvencia vlnomera bude totožná s frekvenciou signálu v meranom obvode. Rezonanciu môžeme indikovať napr. nízkofrekvenčným voltmetrom, na ktorý privedieme signál z vlnomera, pričom medzi vlnomer a voltmeter zaradíme bežný detektor. Heterodynné detektory pracujú z dvojicou signálov o rôznych frekvenciách, ktoré sú privedené na prvok s nelineárnou

prevodovou charakteristikou, napr. na usmerňovaciu diódu. Predpokladajme, že na diódu privádzame súčasne dvojicu harmonických signálov

$$u_1 = A_1 \cos \omega_1 t, \quad u_2 = A_2 \cos \omega_2 t. \quad (4.25a, 4.25b)$$

Ak pre malé zmeny napätia a prúdu aproximujeme prevodovú charakteristiku diódy v priepustnom smere parabolickou závislosťou, potom pre prúd tečúci diódou dostávame vzťah

$$i = a(A_1 \cos \omega_1 t + A_2 \cos \omega_2 t)^2 = a[A_1^2 \cos^2 \omega_1 t + A_2^2 \cos^2 \omega_2 t + A_1 A_2 \cos(\omega_1 - \omega_2)t] + a[A_1 A_2 \cos(\omega_1 + \omega_2)t]. \quad (4.26)$$

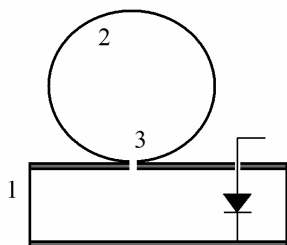
Je zrejmé, že diódou preteká aj zložka striedavého prúdu s frekvenciou rovnou rozdielu frekvencií vstupných signálov. Pri využití tzv. záznejovej metódy budeme selektívnym indikátorom skúmať práve túto zložku. Pri použití heterodynných vlnomerov je jedným signálom neznámy signál ktorého frekvenciu chceme určiť, frekvenciu druhého signálu meníme tak, aby sme vynulovali frekvenčnú zložku s rozdielovou frekvenciou a dosiahli tzv. nulový záznej. Pokiaľ porovnáваме napätia, ktoré nemajú ideálny harmonický priebeh, objavajú sa v nich aj vyššie harmonické zložky. Tieto harmonické zložky je taktiež možné porovnávať. Napríklad, ak sa nám podarí vytvoriť nulový záznej medzi m-tou harmonickou zložkou meraného signálu s frekvenciou f_1 a n-tou harmonickou zložkou nami generovaného signálu s frekvenciou f_2 , potom platí

$$f_1 = \frac{n}{m} f_2. \quad (4.27)$$

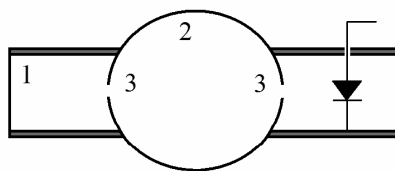
Výhoda záznejovej metódy je v tom, že pre dostatočne citlivý vlnomer môžeme merať v pásme odpovedajúcom viac ako 10 harmonickým zložkám meraného signálu, je teda možné porovnávať rádovo odlišné frekvencie. V experimentálnej praxi často privádzame na vstup zmiešavača signál z viacerých zdrojov, napr. z oscilátora stabilizovaného kryštálom, ktorý má vysokú stabilitu generovanej frekvencie, generátor so širokým frekvenčným rozsahom (tzv. hrubý vlnomer) a ďalší vlnomer. Tento tzv. jemný vlnomer slúži na kalibráciu hrubého vlnomera vo frekvenčnej oblasti, kde vyššie harmonické zložky oscilátora stabilizovaného kryštálom sú už veľmi slabé. Jemný vlnomer poskytuje signál v užšom frekvenčnom pásme, avšak s vyššou časovou stabilitou. Keďže stabilita oscilátora stabilizovaného kryštálom je veľmi dobrá a jeho základná frekvencia je dostatočne presne známa, je možné použiť jeho vyššie harmonické zložky pre kalibráciu vybraných frekvencií oboch vlnomerov. Týmto prístupom dokáže heterodynný vlnomer pokryť široký frekvenčný

rozsah s dostatočnou presnosťou určenia frekvencie a časovou stabilitou signálu.

V oblasti veľmi vysokých frekvencií má realizácia vlnomerov svoje špecifiká. Konkrétnejšie, rezonančný vlnomer je tvorený dutinovým rezonátorom, ktorého dĺžka a tým aj rezonančná frekvencia sa dá v istom intervale nastaviť. Pravouhlé rezonátory majú širšie frekvenčné pásmo pre jednomódový prenos, na druhej strane valcové rezonátory majú obvykle vyšší činiteľ akosti, keďže pre pravouhlé rezonátory je konštrukčne náročnejšie zaručiť dostatočne presný pohyb uzatváracieho piesta. Ako väzobný prvok medzi rezonátorom vlnomera a vlnovodom sa používa väzobná slučka, alebo aj väzobný otvor. Podľa toho, či použijeme jeden, alebo dva väzobné prvky, môžeme realizovať zapojenie pre reakčný vlnomer (obr. 4.13a), alebo priechodzí vlnomer (obr. 4.13b). Oba vlnomery obsahujú časť vlnovodu (1), na ktorú je kontaktovaný dutinový rezonátor (2) cez



Obr. 4.13a Reakčný vlnomer



Obr. 4. 13b Priechodzí vlnomer

jeden, alebo dva väzobné prvky (3). Na konci vlnovodu je umiestnená detekčná dióda s držiakom. Vďaka odlišnej konfigurácii pre reakčný vlnomer v rezonancii budeme pozorovať minimum detekovaného signálu, zatiaľ čo pre priechodzí vlnomer to bude maximum, rezonančné krivky teda budú komplementárne. Rezonančné vlnomery pripájame k hlavnej vetve vlnovodu pomocou smerovej odbočnice, pričom signál postupuje od generátora k vlnomeru.

Heterodynné vlnomery v oblasti vysokých frekvencií používajú usporiadanie s kryštálovým oscilátorom, hrubým a jemným vlnomerom, meranie prebieha záznejovou metódou. Hrubý vlnomer pracuje na frekvencii približne 0.5 GHz. Základná a vyššie harmonické zložky sa s meraným signálom zmiešavajú v upravenom držiaku detekčnej diódy v tzv. zmiešavacej hlavici. Meraná frekvencia je porovnávaná s desiatou, alebo s frekvenciou ešte vyššej harmonickej zložky hrubého vlnomeru. Základnú frekvenciu hrubého vlnomeru je možné určiť pomocou jemného vlnomera a oscilátora. Bližší rozbor heterodynných vlnomerov pracujúcich v oblasti veľmi vysokých frekvencií je možné nájsť napr. v [49].

Záverom tejto časti pojednáme o určení činiteľa akosti dutinového rezonátora. Činiteľ akosti predstavuje základnú charakteristiku každého dutinového rezonátora a rozhodujúcim spôsobom ovplyvňuje presnosť určenia permitivity skúmanej vzorky. Činiteľ akosti Q_{rez} možno vyjadriť ako podiel energie elektromagnetického poľa v rezonátore E_{rez} k energii rozptýlenej v jeho stenách E_{strat} pri danej pracovnej frekvencii ω_r

$$Q_{rez} = \frac{E_{rez}}{E_{strat}} \omega_r. \quad (4.28)$$

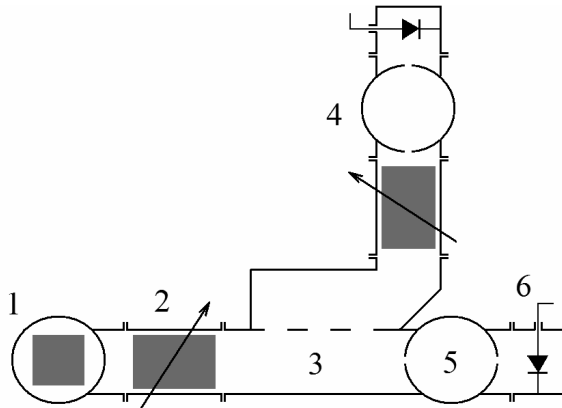
Hodnota činiteľa akosti dutinového rezonátora závisí od elektrickej vodivosti jeho stien, geometrických rozmerov ako aj módu elektromagnetického poľa. Keďže vodivosť kovových materiálov stúpa s klesajúcou teplotou, dutinové rezonátory s pracovnou teplotu v oblasti héliových teplôt majú obvykle vyšší činiteľ akosti ako rezonátory navrhnuté pre izbovú teplotu. Poznamenajme, že hodnota činiteľa akosti dutinového rezonátora pre prácu v oblasti centimetrových vln je rádovo 10^4 . Spoľahlivé stanovenie činiteľa akosti rezonátora výpočtom je veľmi obtiažne a prakticky sa nevyužíva. Experimentálne určenie naráža na technické problémy, pokiaľ by sme sa pokúšali priamo merať veľkosť energií vystupujúcich v definičnom vzťahu (4.28). Oveľa priamočiarejšie je zisťovanie činiteľa akosti pomocou útlmu ξ , ktorý je štandardne definovaný nasledovne

$$\zeta = 10 \log \frac{P_{vst}}{P_{vyst}}, \quad (4.29)$$

kde P_{vst} resp. P_{vyst} je výkon dopadajúci na rezonátor resp. výkon, ktorý rezonátorom prešiel. Pokiaľ je frekvencia dopadajúceho elektromagnetického poľa totožná s rezonančnou frekvenciou f_{rez} , dôjde k maximálnemu prenosu energie medzi rezonátorom a vlnovodom a následne útlm bude minimálny. Pri postupnej zmene frekvencie dôjde k nárastu útlmu, pre vybrané frekvencie f_1 a f_2 dôjde k nárastu útlmu o 3 dB tj. útlm sa zväčší o polovicu. Hodnoty frekvencií f_1 a f_2 určujú pološírku Δf rezonančnej čiary rezonátora, $\Delta f = f_1 - f_2$. Pokiaľ je meranie frekvencií f_1 a f_2 realizované v impedančne prispôsobenej zostave, tzn., ak je výstupná impedancia generátora rovná charakteristickej impedancii vlnovodu na vstupe rezonátora a táto impedancia je taktiež zhodná s impedanciou záťaže na výstupe, je možné z pološírky rezonančnej čiary a rezonančnej frekvencie určiť činiteľ akosti nasledovne

$$Q_{rez} = \frac{f_{rez}}{\Delta f}. \quad (4.30)$$

Experimentálne usporiadanie umožňujúce určenie činiteľa akosti dutinového rezonátora načrtnutým spôsobom je uvedené na obr. 4.14. Vysokofrekvenčný signál odoberaný z generátora (1) je privádzaný na zoslabovač (2) s nastaviteľným zoslabením. Frekvencia



Obr. 4.14 Usporiadanie pre meranie činiteľa akosti rezonátora

elektromagnetického poľa vo vlnovode (3) je meraná napr. rezonančným priechodším vlnomerom (4). Skúmaný rezonátor (5) je do zostavy zaradený s dvoma väzobnými prvkami. Hodnota výkonu na výstupe rezonátora je meraná detekčnou diódou s držiakom (6). Pri meraní postupujeme tak, že meníme frekvenciu elektromagnetického poľa vo vlnovode a skúmame veľkosť signálu na detekčnej dióde. Pri maximálnej veľkosti signálu bude rezonátor v rezonancii a frekvencia elektromagnetického poľa vo vlnovode bude mať veľkosť práve f_{rez} . Po určení rezonančnej frekvencie zmenšíme útlm na zoslabovači (2) o 3 dB a na generátore nastavíme také dve rôzne frekvencie, aby sme na detekčnej dióde (6) dosiahli rovnakú veľkosť signálu. Hodnoty týchto frekvencií budú odpovedať frekvenciám f_1 a f_2 , čo nám s využitím vzťahu (4.30) umožňuje vypočítať činiteľ akosti rezonátora.

5. Meranie dielektrických vlastností látok

5.1. Základné charakteristiky dielektrík

V prírode existuje trieda látok, ktoré nazývame dielektrické materiály. Sú to látky, v ktorých sú elektrické náboje nepohyblivé a teda nemôžu viesť elektrický prúd aj keď sú vložené do vonkajšieho elektrostatického poľa. Zdôraznime však, že táto vlastnosť sa nemusí zachovať ak sa dielektrický materiál nachádza v časovo premenlivom elektrickom poli [50]. Prítomnosť vonkajšieho elektrického poľa vyvolá v niektorých dielektrikách vznik dipólu z neutrálneho guľovo symetrického atómu. V celom makroskopickom objeme dielektrika dochádza k *elektrónovej polarizácii látky*. Existuje však skupina dielektrických materiálov, ktorá je charakterizovaná prítomnosťou elektrických dipólov aj bez prítomnosti vonkajšieho elektrického poľa. Orientácia jednotlivých dipólov je však vďaka tepelnému chaotickému pohybu atómov náhodná a preto sa objem takéhoto dielektrika navonok javí ako elektricky neutrálny. Ak však vložíme dielektrikum do elektrického poľa, jednotlivé dipóly budú mať tendenciu natáčať sa do smeru tohto poľa prekonávajúc tendenciu orientovať jednotlivé dipóly náhodne vďaka chaotickému tepelnému pohybu. Výsledok navzájom protichodného pôsobenia tepelného pohybu a vonkajšieho elektrického poľa závisí od pomeru energie dipólu pE , kde p je moment dipólu, E je intenzita elektrického poľa a tepelnej energie $k_B T$, kde k_B je Boltzmannova konštanta a T je absolútna teplota. V celom objeme látky sa otáčavý účinok elektrického poľa na každý dipól prejaví ako výsledná polarizácia v celom objeme látky, v tomto prípade hovoríme o *orientačnej polarizácii látky*. Látky, v ktorých sa bez prítomnosti elektrického poľa nevyskytujú elektrické dipóly nazývame *nepolárne látky*, v týchto látkach dominuje elektrónová polarizácia. Na druhej strane, látky charakterizované prítomnosťou elektrických dipólov aj bez prítomnosti vonkajšieho elektrického poľa predstavujú *polárne látky*, v nich je dominantná orientačná polarizácia. V polárnych látkach sa môže vyskytovať aj elektrónová polarizácia, ktorá vedie k deformácii dipólov a k zmene vzájomnej vzdialenosti ich nábojových centier. Obe uvedené skupiny dielektrických materiálov sú však charakteristické tým, že výsledná polarizácia, daná vektorovým súčtom vektorov polarizácie jednotlivých dipólov, je v nich nenulová iba v prípade ak je nenulové vonkajšie elektrické pole. Existuje však aj skupina dielektrických materiálov, v ktorých je celková polarizácia rôzna od nuly aj bez prítomnosti vonkajšieho elektrického poľa. Do uvedenej skupiny patria napr. feroelektrické materiály, ktoré majú trvalo nenulové dipólové momenty, aj keď výsledná polarizácia môže byť za istých podmienok nulová. Feroelektrické dielektriká patria do skupiny nelineárnych látok, kde celková polarizácia nie je lineárnou funkciou

intenzity elektrického poľa, ich detailným štúdiom sa však nebudeme zaoberať. Pozornému čitateľovi iste neušla analógia medzi rozdelením dielektrických materiálov a rozdelením látok z hľadiska ich magnetických vlastností. Uvedená analógia má hlbší fyzikálny obsah, my ju s výhodou využijeme pri štúdiu relaxačných vlastností dielektrických materiálov.

Základnou otázkou, ktorá nás bude zaujímať pri štúdiu dielektrických vlastností danej látky, je jej odozva na vloženie do časovo premenného elektrického poľa. Dielektrickou látkou začne tiecť elektrický prúd, pričom prúdová hustota i_E je daná vzťahom [51]

$$i_E = \sigma E + \frac{d}{dt}(\epsilon E), \quad (5.1)$$

kde σ predstavuje elektrickú vodivosť, ϵ permitivitu dielektrika. Obe veličiny sú vo všeobecnosti funkciami teploty, tlaku, frekvencie elektrického poľa. Navyše, pokiaľ je skúmané dielektrikum v termodynamicky nerovnovážnom stave, môžu byť obe veličiny aj časovo závislé. V nelineárnych dielektrikách sú σ a ϵ závislé aj od amplitúdy vonkajšieho elektrického poľa. Vo väčšine experimentov je vonkajšie elektrické pole harmonickou funkciou času $E(t) = E_0 e^{i\omega t}$, takže rovnicu (5.1) môžeme upraviť nasledovne

$$i_E = (\sigma + i\omega\epsilon)E(t). \quad (5.2)$$

Pri úprave sme predpokladali, že permitivita dielektrika je v čase konštantná, tj. $d\epsilon/dt = 0$. Ak zavedieme komplexnú permitivitu $\hat{\epsilon} = \epsilon' - i\epsilon''$, pričom budeme požadovať, aby $\epsilon' = \epsilon$, a $\epsilon'' = \sigma/\omega$, je možné rovnicu (5.2) upraviť do tvaru

$$i_E = i\omega(\epsilon' - i\epsilon'')E(t) = i\omega\hat{\epsilon}E(t). \quad (5.3)$$

Z predchádzajúceho vzťahu je zrejmé, že pokiaľ je imaginárna zložka komplexnej permitivity nulová, bude fázový posun medzi hustotou prúdu a intenzity vonkajšieho poľa rovný práve $\pi/2$. Vo všeobecnom prípade však hodnota uvedeného fázového posunu bude od $\pi/2$ odlišná o uhol δ , ktorý nazývame stratový uhol. Dá sa ukázať, že pre tzv. stratový činiteľ, definovaný ako $\tan(\delta)$, platí

$$\tan(\delta) = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{\sigma}{\omega\epsilon} \quad (5.4)$$

Aký je fyzikálny význam stratového činiteľa? Táto veličina nám udáva mieru energetických strát v dielektriku. Aby sme uvedené tvrdenie overili, pripomeňme si najskôr vzťah pre hustotu výkonu p_E absorbovanú v jednotkovom objeme látky s vodivosťou σ , ktorá sa

nachádza v elektrickom poli s intenzitou E , kde platí $p_E = \sigma E^2$. Ak do vzťahu pre p_E dosadíme rovnicu (5.4), dostaneme

$$p_E = \omega \varepsilon \tan(\delta) E^2 = \omega \varepsilon'' E^2 \quad (5.5)$$

Vidíme, že hustota výkonu absorbovaného v dielektriku je priamo úmerná veľkosti stratového činiteľa a teda pomer imaginárnej a reálnej zložky permitivity vskutku súvisí s energetickými stratami.

Pri experimentálnom štúdiu dielektrických vlastností látok nie je obvyklé priame meranie napr. frekvenčnej závislosti oboch zložiek permitivity. Namiesto toho sa skúma veľkosť elektrickej kapacity a stratového činiteľa kondenzátora, ktorého priestor medzi elektródami je vyplnený skúmaným dielektrikom. Uvedené veličiny sú následne vzťahované k príslušným charakteristikám prázdneho kondenzátora a až následne je možné vypočítať obe zložky permitivity. V ďalšom si ukážeme, že uvedený postup je korektný. Uvažujme doskový kondenzátor vyplnený skúmaným dielektrikom s permitivitou $\hat{\varepsilon} = \varepsilon' - i\varepsilon''$. Ak uzavrieme jednu z elektród plochou S , môžeme určiť prúd \hat{I} , ktorý touto plochou prechádza s použitím vzťahu

$$\hat{I} = \int_S \hat{i}_E d\vec{S} = i\omega(\varepsilon' - i\varepsilon'') \int_S \hat{E} d\vec{S} = i\omega(\varepsilon' - i\varepsilon'') \frac{Q}{\varepsilon'}, \quad (5.6)$$

kde v poslednom kroku bola použitá Gaussova veta a Q označuje náboj vnútri uzavretej plochy S . Ďalej použijeme vzťah medzi kapacitou C kondenzátora vyplneného dielektrikom s reálnou zložkou permitivity ε' a prázdneho kondenzátora s kapacitou C_0 , ktorú nazývame vákuová kapacita kondenzátora, $C = (\varepsilon' / \varepsilon_0) C_0$. S využitím vzťahu $Q = CU$ môžeme písať [4]

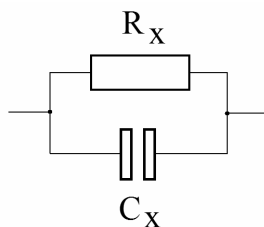
$$\hat{I} = i\omega \hat{\varepsilon} \frac{C_0}{\varepsilon_0} \hat{U} = i\omega(\varepsilon' - i\varepsilon'') \frac{C_0}{\varepsilon_0} \hat{U} \quad (5.7)$$

Z rovnice (5.7) dávajúcej do vzťahu napätie a prúd ľahko nájdeme výraz pre impedanciu \hat{Z} kondenzátora

$$\frac{1}{\hat{Z}} = \frac{\omega \varepsilon''}{\varepsilon_0} C_0 + i\omega \varepsilon' \frac{C_0}{\varepsilon_0} \quad (5.8)$$

Je zřejmé, že ak uvážime paralelné zapojenie kondenzátora s kapacitou $C_x = \varepsilon' C_0 / \varepsilon_0$ a ohmického odporu $R_x = \varepsilon_0 / (\omega \varepsilon'' C_0)$ podľa obr. 5.1., predstavuje uvedené zapojenie pre frekvenciu ω ekvivalentnú schému pre kondenzátor vyplnený dielektrikom. Pokiaľ bude nenulová imaginárna zložka permitivity $\hat{\varepsilon}$, dôjde k zmene fázového posunu

medzi prúdom \hat{I} a napätím \hat{U} o uhol δ , pričom hodnotu $\tan(\delta)$ ľahko určíme z pomeru imaginárnej a reálnej zložky impedancie \hat{Z}



Obr. 5.1. Náhradné zapojenie kondenzátora so zvodovým odporom

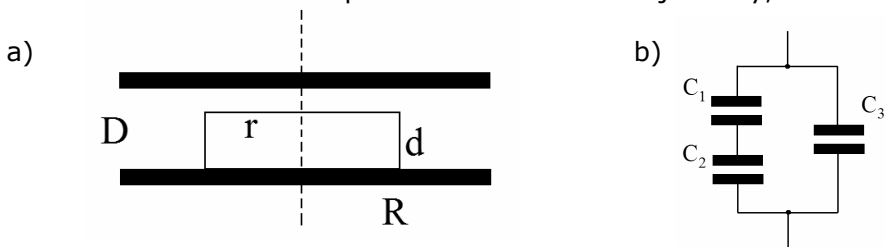
rovnice (5.8). Ľahko sa presvedčíme, že pre uvedený pomer vyplýva vzťah

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{1}{\omega RC}. \quad (5.9)$$

Zistili sme, že stratový činiteľ dielektrika s permitivitou $\hat{\varepsilon} = \varepsilon' - i\varepsilon''$ je rovnaký ako stratový činiteľ kondenzátora s vákuovou kapacitou C_0 do ktorého je toto dielektrikum vložené. Navyše, zmenu veľkosti kapacity kondenzátora po vložení dielektrika ľahko určíme z rovnice $C = (\varepsilon' / \varepsilon_0)C_0$. Je teda zrejmé, že štúdium frekvenčnej závislosti oboch zložiek permitivity skúmaného dielektrika je ekvivalentné štúdiu veľkosti elektrickej kapacity a stratového činiteľa kondenzátora, ktorého priestor medzi elektródami je vyplnený týmto dielektrikom.

5.2 Kondenzátor čiastočne vyplnený dielektrikom

Uvedená úvaha však platí iba za predpokladu, že skúmané dielektrikum vyplní celý priestor medzi elektródami kondenzátora. V prípade štúdia dielektrických vlastností tuhých látok však táto situácia nemusí nastať napr. kvôli tvaru skúmanej vzorky, alebo



Obr. 5.2a. Kondenzátor čiastočne vyplnený dielektrikom

Obr. 5.2b. Náhradná schéma zapojenia

kvality jej povrchu. Pokiaľ skúmané dielektrikum nevypĺňa celý priestor je výpočet elektrickej kapacity experimentálneho usporiadania zložitejší [4]. Situáciu budeme ilustrovať na príklade doskového kondenzátora s kruhovými elektródami, ktorý je čiastočne vyplnený dielektrikom podľa obr. 5.2a. Náhradná schéma zapojenia je uvedená na obr. 5.2b. Tento tzv. merný kondenzátor má doskové elektródy s polomerom R vo vzájomnej vzdialenosti D . Vzorka s dielektrickou permitivitou ε' má tvar valca s polomerom r a výškou d . V náhradnej schéme je kondenzátor C_1 tvorený spodnou a hornou plochou vzorky, kondenzátor C_2 je tvorený hornou plochou vzorky a časťou hornej elektródy kondenzátora s polomerom r a kondenzátor C_3 je tvorený časťami dolnej a hornej elektródy merného kondenzátora v tvare medzikružia s vnútorným polomerom r a vonkajším polomerom R . Kapacity jednotlivých kondenzátorov sú určené nasledovnými vzťahmi

$$C_1 = \varepsilon_0 \pi r^2 / d \quad C_2 = \varepsilon_0 \pi r^2 / (D - d) \quad C_3 = \varepsilon_0 \pi (R^2 - r^2) / D, \quad (5.10)$$

príčom sme predpokladali, že vzorka do merného kondenzátora nie je vložená. Čitateľ sa ľahko presvedčí, že výsledná kapacita zapojenia podľa obr. 5.2b je totožná s kapacitou prázdneho merného kondenzátora $C_0 = \varepsilon_0 \pi R^2 / D$. Po vložení dielektrika úplne zaplníme kondenzátor C_1 , jeho kapacitu nazývame aktívna kapacita. Modifikáciou rovníc (5.10.) a následnou úpravou možno ukázať, že výsledná kapacita celého usporiadania sa zmení nasledovne

$$C = C_0 + \frac{\varepsilon' C_1 C_2 / \varepsilon_0}{\varepsilon' C_1 / \varepsilon_0 + C_2}. \quad (5.11)$$

Z uvedenej rovnice je zrejmé, že reálnu zložku permitivity skúmaného dielektrika možno určiť na základe merania kapacity C a znalosti rozmerov kondenzátora a vzorky. Imaginárnu zložku permitivity určíme z meraní stratového činiteľa kondenzátora, dá sa ukázať, že stratový činiteľ dielektrika $\tan(\delta_D)$ súvisí so stratovým činiteľom celého usporiadania $\tan(\delta_k)$ podľa vzťahu

$$\tan(\delta_k) = \frac{\frac{C_1 C_2}{C_1 + C_2} \tan(\delta_D)}{C_1 \left(\frac{C_1 C_2}{C_2 + C_2} + C_3 \right)}. \quad (5.12)$$

5.3. Rozptylová kapacita kondenzátora

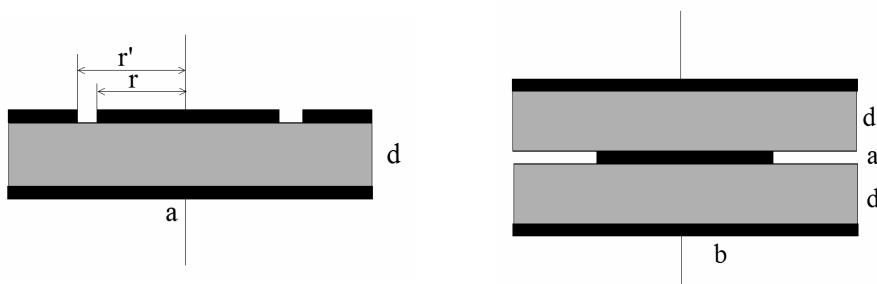
V reálnom experimentálnom usporiadaní je kondenzátor C_2 tvorený vzduchovou medzerou medzi povrchom skúmaného dielektrika a elektródou merného kondenzátora. Kondenzátor C_3 je tvorený tzv. rozptylovou kapacitou merného kondenzátora a kapacitou prívodných vodičov. Rozptylová kapacita charakterizuje rozptylové polia vznikajúce na okrajoch elektród, ktoré majú za následok vznik nehomogénneho elektrostatického poľa [51]. V dôsledku vzniku tejto nehomogenity dochádza aj k poklesu hodnôt intenzity elektrostatického poľa v okrajových častiach elektród merného kondenzátora. Pokiaľ nie je uvažovaný vplyv rozptylovej kapacity, hodnota kapacity merného kondenzátora vychádza väčšia než bez uváženia tohto vplyvu. V experimentálnej praxi sú zaužívané dva prístupy pre určenie reálnej hodnoty kapacity merného kondenzátora. Prvý prístup je založený na premeraní kapacity kondenzátora po jeho vyplnení vzorkou so známou permitivitou. Keďže veľkosť rozptylovej kapacity môže byť ovplyvnená aj tvarom vzorky a hodnotou meranej permitivity, je dôležité, aby tvar a očakávaná hodnota permitivity vzorky so známou permitivitou a skúmanej vzorky boli podobné. Tieto požiadavky je ľahšie splniť u kvapalných vzoriek. V súčasnosti je používaných niekoľko kvapalín ako etalóny pre meranie permitivity. Každá z vybraných kvapalín je časovo stála, má zanedbateľné dielektrické straty, jej permitivita nie frekvenčne závislá v dostatočne širokom frekvenčnom intervale. Uvedme niektoré kvapaliny používané ako etalóny spolu s hodnotami permitivity pri 20 °C – cyklohexán (2.02), tetrachlór (2.23), benzén (2.28), chlórbenzén (5.69), etylénchlorid (10.66), benzylalkohol (13.74), aceton (21.4), nitrobenzen (35.75), voda (80.36) [52]. Pri kalibrácii merného kondenzátora sa obvykle postupuje tak, že sa premeria kapacita kondenzátora pre rôzne kalibračné kvapaliny a následne sa zostrojí graf závislosti kapacity merného kondenzátora od meranej permitivity. Pokiaľ je zmena rozptylovej kapacity so zmenou meranej permitivity zanedbateľná, potom uvedená závislosť je lineárna, pričom hľadanú hodnotu permitivity určíme zo smernice a hodnotu rozptylovej kapacity s posunu lineárnej závislosti oproti počiatku súradnicovej sústavy.

Druhý prístup využíva výpočet kapacity zo vzťahov, v ktorých je zahrnutý aj vplyv rozptylových polí. Tento spôsob je častejšie využívaný pri štúdiu permitivity tuhých látok v merných kondenzátoroch, ktoré majú obvykle jednoduchšiu konštrukciu s využitím doskových elektród, kvôli jednoduchšiemu výpočtu rozptylových kapacít. V ďalšom uvážime príklady návrhov kondenzátorov kompenzujúcich vplyvy rozptylových kapacít. Ako už bolo uvedené vyššie, vzťah pre kapacitu doskového kondenzátora napr. s kruhovými elektródami dáva vyššiu hodnotu elektrickej kapacity bez zahrnutia vplyvov rozptylových kapacít. Kompenzáciu uvedeného vplyvu možno dosiahnuť vhodným návrhom merného

kondenzátora a následným výpočtom rozptylovej kapacity. Príklady takýchto tzv. doskových kondenzátorov sú uvedené na obr. 5.3a 5.3b. Na obr. 5.3a je uvedený kondenzátor s tzv. ochranným prstencom, kde vonkajšia vrchná elektróda homogenizuje elektrostatické pole na okraji vrchnej vnútornej elektródy. Pre kapacitu medzi spodnou a vrchnou vnútornou elektródou kondenzátora s ochranným prstencom možno písať [53]

$$C = \frac{[(r+r')/2]^2}{3.6d} - (r+r') \frac{2}{3.6\pi} (x \tan(x) + \ln(\cos(x))),$$

kde $x = \arctan[(r-r')/2d]$. (5.13)



Obr. 5.3a Kondenzátor s ochranným prstencom

Obr. 5.3b Kondenzátor s homogenizačnou elektródou

Je zrejmé, že pri odstránení homogenizačnej elektródy ($r = r'$) prejde rovnica (5.13) na tvar $C = r^2/3.6d$, čo je vzťah pre výpočet kapacity kondenzátora v obvyklom usporiadaní s dvoma paralelnými kruhovými elektródami, pričom geometrické rozmery sú zadávané v *cm* a výsledná kapacita vychádza v *pF*. Korektné zapojenie kondenzátora s homogenizačnou elektródou do meracej zostavy vyžaduje, aby rozdiel napätí medzi vrchnou a homogenizačnou elektródou bol nulový, príklady možných zapojení budú diskutované neskôr. Na obr. 5.3b je ukázaný ďalší možný spôsob kompenzácie rozptylovej kapacity pomocou trojdoskového kondenzátora so strednou elektródou, ktorá je menšia ako dve okrajové elektródy. Vzťah pre kapacitu uvedeného typu merného kondenzátora je pre $R - r \gg a + d$ nasledovný [53]

$$C = \frac{2r^2}{3.6d} + \frac{8r}{3.6\pi} \left[\ln 2 + \left(1 + \frac{a}{4d}\right) \ln \left(1 + \frac{a}{4d}\right) - \frac{a}{4d} \ln \frac{a}{4d} \right] \quad (5.14)$$

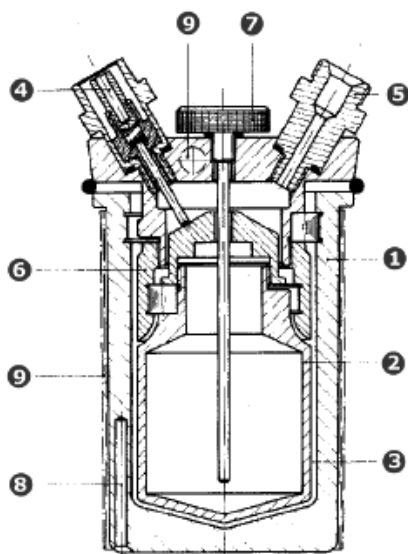
pričom r je polomer vnútornej elektródy a R je polomer vonkajšej elektródy. Pri meraní sú vonkajšie elektródy vodivo prepojené a meriame kapacitu medzi nimi a strednou elektródou. Otvorenou otázkou ostáva určenie tej časti rozptylovej kapacity, ktorá je tvorená

prívodnými vodičmi. Príspevok k rozptylovej kapacite spôsobenej prívodnými vodičmi určíme z merania kapacity prázdneho merného kondenzátora, od získanej hodnoty odčítame kapacitu určenú výpočtom z rovníc (5.13) a (5.14) pri známych geometrických rozmeroch.

5.4 Merné kondenzátory

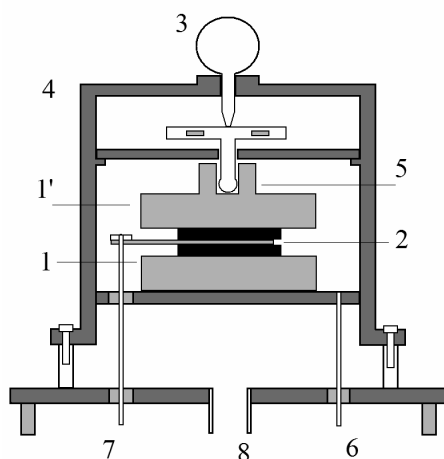
Pri experimentálnom štúdiu dielektrických vlastností látok používame merné kondenzátory, ktoré sú prispôbené na prichytenie vzorky a pripojenie k meraciemu obvodu. Usporiadanie merného kondenzátora je navrhnuté tak, aby bolo možné merať permitivitu v závislosti od vonkajších podmienok, najčastejšie ide o možnosť nastaviť tlak a teplotu. Veľkosť kapacity prázdneho merného kondenzátora sa volí podľa očakávaného frekvenčného pásma. Pokiaľ sa predpokladá meranie pri nízkych frekvenciách, volíme merný kondenzátor s väčšou kapacitou, pre vysokofrekvenčné merania sa používajú merné kondenzátory, ktorých kapacita je nižšia (≈ 10 pF). Je zrejmé, že veľkosť kapacity kondenzátora bude určená aj rozmermi a tvarom elektród. Keďže z konštrukčných dôvodov je nutné zachovať istú minimálnu vzdialenosť elektród, zvýšenie kapacity merného kondenzátora znamená zväčšenie plochy elektród, čo následne vedie k zväčšeniu jeho rozmerov. Týmto sa zvyšujú nároky na tvar vzorky a na jej množstvo, pretože je žiaduce, aby vzorka vyplnila temer celý priestor medzi elektródami.

V ďalšom uvedieme niektoré typy merných kondenzátorov vhodných na meranie dielektrických vlastností kvapalných a tuhých vzoriek. Na obr. 5.4. je schematicky znázornený merný kondenzátor pre kvapalnú vzorku [4]. Všimnime si, že dno priestoru medzi elektródami kondenzátora má kónický tvar, kvôli lepšiemu uvoľňovaniu bublín, ktoré sa po naliatí vzorky môžu objaviť. Uvažovaný merný kondenzátor je okrem vonkajšej elektródy (1) a vnútornej elektródy (2) vybavený homogenizačnou elektródou (6), ktorá homogenizuje pole na okraji experimentálneho priestoru (3). Prívody ku vnútornej elektróde (4) a k vonkajšej elektróde (8) umožňujú napojenie merného kondenzátora do meracieho obvodu. Vnútorne časti merného kondenzátora je možné odsáť pomocou príruby pre odčerpanie (5). Ako už bolo uvedené, pri experimentálnom štúdiu dielektrických vlastností látok skúmame permitivitu ako funkciu vonkajšieho parametra, ktorým je často teplota. Nastavenie teploty v uvažovanom mernom kondenzátore je možné prostredníctvom teplomera (7) a ohrievača (9). Kapacita prázdneho merného kondenzátora sa obvykle pohybuje okolo 50 pF, objem experimentálneho priestoru je približne 40 ml.



Obr. 5.4. Merný kondenzátor pre kvapalné vzorky

Pre štúdium permitivity tuhých látok sa môže využiť merný kondenzátor, ktorý je schematicky znázornený na obr. 5.5 [4]. Pre tento typ merného kondenzátora sa vyžaduje, aby pred meraním boli nakontaktované na dvojicu vzoriek elektródy, takže samotný merný kondenzátor slúži len na napojenie vzorky do meracieho obvodu. Obidva kusy vzorky sa vkladajú medzi držiak dolnej elektródy (1) a držiak hornej elektródy (1'), pričom medzi vzorkami je stredná elektróda (2). Indikátor (3) sa používa na určenie hrúbky vzoriek



Obr. 5.5. Merný kondenzátor pre pevné vzorky

vložených do merného kondenzátora. Špecifickou črtou uvažovaného kondenzátora je klzná spojka s kĺbom (5), ktorá umožňuje vytvorenie definovaného tlaku oboch elektród na vzorku. Použitie guľového kĺbu je výhodné v situácii, keď vzorka nemá kontaktné plochy presne rovnobežné. Vtedy sa vďaka guľovému kĺbu horná elektróda (1) do istej miery prispôsobí tvaru vzorky. Elektródy (1) a (1') sú vodivo spojené s krytom (4), vodič z meracieho obvodu sa na obe elektródy kontaktuje pomocou prívodu (6). Stredná elektróda má svoj osobitný prívod (7), ktorý je od vodivého krytu izolovaný. Priestor okolo vzorky môže byť odčerpaný pripojením vákuovej vývevy na prírubu pre odčerpanie (8). V prípade potreby je možné uvedenú prírubu použiť aj na napustenie experimentálneho priestoru inertným plynom. Inertný plyn, alebo dusík sa používa napr. pri meraniach uskutočňovaných pri teplotách nižších ako je izbová, aby sa zabránilo zrážaniu vodnej pary v ovzduší a následnému namrznutiu na povrchu vzorky.

5.5 Štúdium dielektrických vlastností pri rôznych frekvenciách

Štúdium dielektrických vlastností látok pokrýva veľmi širokú frekvenčnú oblasť od frekvencií 0.001 Hz po frekvencie rádovo desiatky GHz. Je zrejme, že túto frekvenčnú oblasť nie je možné obsiahnuť jedinou meracou metódou. Predtým, než začneme rozoberať meracie techniky v jednotlivých častiach uvedeného frekvenčného intervalu, uveďme dva prístupy k návrhu experimentálnej zostavy v závislosti od frekvencie pri ktorej meranie uskutočňujeme. V oblasti nižších frekvencií uvažujeme tzv. obvody so sústredenými parametrami [48]. Sú to obvody, v ktorých je možné považovať elektromagnetické pole za kvázistacionárne, alebo vyjadrené inak, v ktorých sú rozmery obvodu menšie ako vlnová dĺžka vlny elektromagnetického poľa v obvode. Vtedy neurčujeme priamo zložky permitivity, ale zmenu kapacity a stratového činiteľa merného kondenzátora po vložení vzorky. Pre oblasť vyšších frekvencií musíme uvažovať tzv. obvody s rozloženými parametrami, v ktorých je vlnová dĺžka elektromagnetického poľa menšia ako charakteristické rozmery meracieho obvodu. V tejto situácii už nemôžeme na prenos signálu resp. samotné meranie používať klasické spojovacie vodiče, používajú sa vlnovody resp. dutinové rezonátory [45]. Meracie metódy sú založené na štúdiu zmeny rezonančnej frekvencie a činiteľa akosti dutinového rezonátora po vložení vzorky. Pri vlnovodných metódach nás zaujíma zmena veľkosti a priestorového rozloženia intenzity elektromagnetického poľa vo vlnovode do ktorého vkladáme vzorku.

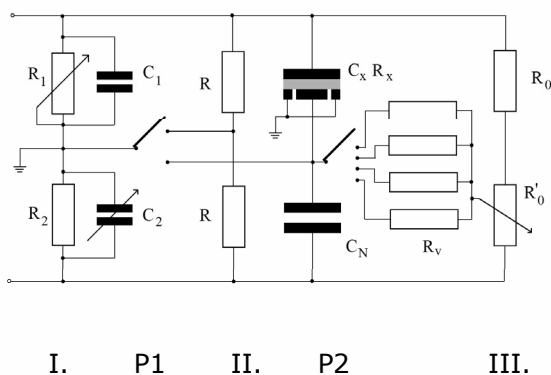
Uveďme detailnejšie rozdelenie celého frekvenčného pásma spolu s meracími metódami používanými v jednotlivých frekvenčných oblastiach

oblasť veľmi nízkych frekvencií ($f < 0.1$ Hz)

oblasť nízkych frekvencií ($0.1 \text{ Hz} < f < 100 \text{ Hz}$)
oblasť stredných frekvencií ($100 \text{ Hz} < f < 1 \text{ MHz}$)
oblasť vysokých frekvencií ($1 \text{ MHz} < f < 1 \text{ GHz}$)
oblasť veľmi vysokých frekvencií ($1 \text{ GHz} < f$)

1. *oblasť veľmi nízkych frekvencií* V tejto oblasti sa pri určení permitivity používa priama metóda kedy sa meria napätie na mernom kondenzátore a prúd, ktorý ním preteká. Vychádza sa zo sériového zapojenia ohmického odporu a merného kondenzátora, pričom z napäťového úbytku na odpore usudzujeme na veľkosť pretekajúceho prúdu, napätie na kondenzátore sa meria priamo. Závislosť napätia na kondenzátore od prúdu, ktorý ním preteká meriame aj pomocou osciloskopu resp. zapisovača. Výsledná krivka má tvar elipsy, z jej tvaru možno odhadnúť stratový činiteľ. Nevýhodou uvádzanej metódy je nízka presnosť, ktorá sa pohybuje na úrovni 10 %.

2. *oblasť nízkych frekvencií* V oblasti nízkych frekvencií využívame mostíkové metódy, pričom meracie mostíky je potrebné upraviť. Úprava vyplýva z nutnosti kompenzovať zvodový odpor merného kondenzátora, ktorého efekt sa prejaví práve pri použití striedavých metód a nízkych frekvenciách. Poznamenajme, že dolná frekvenčná hranica je daná aj praktickými dôvodmi, pretože čas ustáľovania mosta pri týchto frekvenciách už môže byť neprijateľne dlhý. Na obr. 5. 6. je uvedené mostíkové zapojenie s obvodom korigujúcim zvodový odpor kondenzátora [4].

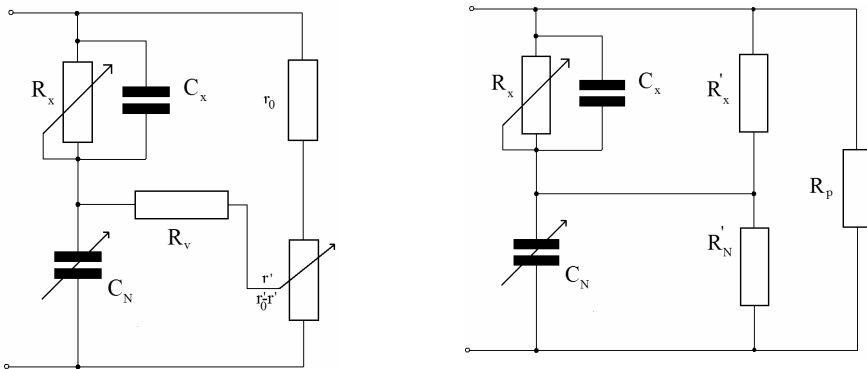


Obr. 5.6. Mostík upravený pre meranie v oblasti nízkych frekvencií

Mostík pozostáva z troch základných častí. Obvod I. predstavuje tzv. Wagnerovu pomocnú vetvu, ktorá slúži na vynulovanie napäťového rozdielu medzi ochranným prstencom a strednou elektródou merného kondenzátora. Obvod II. je vlastný most tvorený dvoma vetvami, z ktorých jedna pozostáva v dvojice identických odporov a druhá obsahuje merný a normálový kondenzátor. K tejto vetve je paralelne

pripojený pomocný obvod III., ktorý umožňuje korekciu zvodového odporu kondenzátora. Prepínač $P2$ je použitý na hrubé nastavenie korekcie, konečné doladenie prevedieme nastavením potenciometra R_0' . Pri meraní postupujeme tak, že najskôr pomocou prepínača $P1$ spojíme obvod II s pomocnou Wagnerovou vetvou a most vyvážíme nastavením laditeľného kondenzátora C_2 a potenciometra R_1 . Vyváženie sledujeme štandardným spôsobom, napr. meraním napätia medzi ľavými svorkami oboch prepínačov. Po vyvážení prepne prepínač $P1$, čím spojíme pomocnú Wagnerovu vetvu s kondenzátormi C_x a C_N a obvodom III. Most opäť vyvážíme nastavením potenciometra R_0' . V prípade potreby uvedený postup opakujeme, kým nie je most vyvážený pre obe polohy prepínača $P1$. Vtedy máme zaručené vyváženie samotného meracieho okruhu (obvody II. a III.) pri nulovom napätí medzi ochranným prstencom a strednou elektródou merného kondenzátora. Pri určení hodnoty kapacity merného kondenzátora C_x a veľkosti jeho zvodového odporu R_x využijeme možnosť zmeny zapojenia obvodu z tzv. trojuholníka do hviezdy, ktoré je pre analýzu vhodnejšie. Uvedená zmena je načrtnutá na obr. 5.7. Pre veľkosti odporov R_x' a R_N' pripojených paralelne ku kondenzátorom C_x a C_N platí [54]

$$R_x' = \frac{r_0^2 + r'^2 + 2r_0 R_v}{r_0 - r'} \quad (a) \quad R_N' = \frac{r_0^2 - r'^2 + 2r_0 R_v}{r_0 + r'}, \quad (b) \quad (5.15a,b)$$



Obr. 5.7a Obvod zapojený do trojuholníka

Obr. 5.7b Obvod zapojený do hviezdy

pokiaľ je veľkosť odporov r_0 a r_0' rovnaká. Pre vyrovnaný most zo zapojenia do hviezdy (b) je zrejmé, že

$$C_x = C_N, \quad \frac{1}{R_x} + \frac{1}{R_x'} = \frac{1}{R_N'}, \quad (5.16)$$

odtiaľ je jednoduché ukázať, že zvodový odpor R_x merného kondenzátora bude určený vzťahom

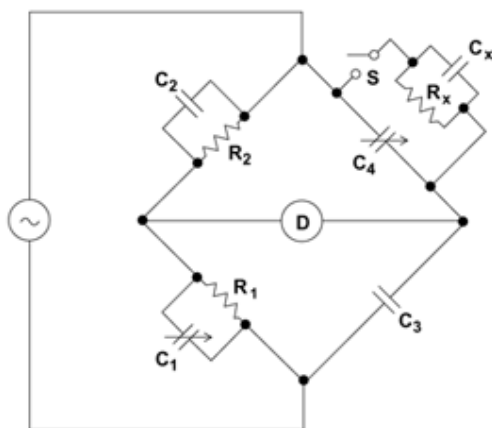
$$R_x = R_v \frac{r_0}{r'} \left(1 + \frac{r_0^2 - r'^2}{2r_0 R_v} \right), \quad (5.17)$$

pre vhodne zvolené veľkosti odporov ($r_0 = r_0' \ll R_v$, $r' \ll R_v$) je možné vzťah (5.17) zjednodušiť

$$R_x = R_v \frac{r_0}{r'}. \quad (5.18)$$

Stratový uhol kondenzátora určíme zo znalosti C_x a R_x už známym spôsobom. Poznamenajme, že odpor R_p nehrá pri analýze žiadnu úlohu, nakoľko je v obvode (b) zapojený priamo k napájacím svorkám mostíka.

3. oblasť stredných frekvencií Oblasť stredných frekvencií je pre štúdium dielektrických vlastností z hľadiska experimentálnej náročnosti a presnosti najvýhodnejšia. Skúmané veličiny v uvedenej oblasti určujeme spravidla mostíkovými metódami, pričom úloha zvodového odporu merného kondenzátora spravidla nie je podstatná. Následne je možné použiť jednoduchšie zapojenie mostíka oproti zapojeniu uvedenému na obr. 5.6. Štandardne používaným zapojením je Scherringov mostík predstavujúci modifikovaný Wheastonov mostík používaný pri meraní elektrických odporov (obr. 5.8).

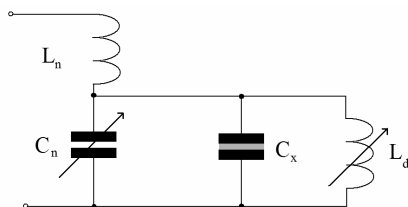


Obr. 5.8. Scherringov mostík

Postup pri meraní je obdobný ako v prípade zapojenia uvedeného na obr. 5.6., cieľom je vyvážiť mostík vhodným nastavením kapacít

kondenzátorov C_1 a C_4 tak, aby pri prepnutí spínača S nedošlo k zmene vyváženia indikovaného indikátorom D .

4. oblasť vysokých frekvencií Oblasť frekvencií pokrývajúca frekvencie od 1 MHz do 1 GHz predstavuje oblasť prechodu medzi meracími obvodmi so sústredenými parametrami k obvodom s rozloženými parametrami. Uvedenú skutočnosť možno dokumentovať príslušnými vlnovými dĺžkami elektromagnetického poľa, ktoré sa pohybujú v rozmedzí od 300 m do 30 cm. Môže sa teda stať, že vlnová dĺžka elektromagnetického poľa začne byť porovnateľná s rozmermi experimentálnej zostavy. Konkrétne ide predovšetkým o spojovacie vodiče, ktorých dĺžka môže byť podstatne väčšia ako rozmery samotného merného kondenzátora. Vďaka porovnateľnej dĺžke spojovacích vodičov a vlnovej dĺžky elektromagnetického poľa môže byť podstatná časť energie tohto poľa sústredená práve v okolí spojovacích vodičov a nie v príslušnom prvku meracieho obvodu. Iným spôsobom môžeme uvedenú skutočnosť vyjadriť pomocou vplyvu parazitných kapacít prípadne indukčností spojovacích vodičov. Charakteristické hodnoty týchto kapacít a indukčností sa pohybujú okolo desiatok pikofaradov, resp. mikrohenry, čo pri frekvenciách okolo 100 MHz vedie k charakteristickým impedanciam rádovo desiatky ohmov. Uvedené hodnoty sú porovnateľné s typickými hodnotami kapacít merných kondenzátorov, takže je zrejmé, že vplyv prírodných vodičov je podstatný. Pri praktickom návrhu meracieho obvodu je preto snaha o čo najkratšie prírodné vodiče, aby ich vplyv bol čo najmenší. Navyše sa používajú stále rovnaké spojovacie vodiče, najčastejšie vo forme koaxiálnych káblov, aby hodnoty parazitných kapacít a indukčností boli konštantné. Kapacitu a stratový uhol merného kondenzátora obvykle meriame rezonančnými metódami. Základnými parametrami, ktoré skúmame pri vyhodnocovaní rezonančnej krivky sú hodnota rezonančnej frekvencie a činiteľ akosti rezonančného obvodu [54]. Základná schéma meracieho obvodu je znázornená na obr. 5. 9.



Obr. 5.9. Merací obvod pre meranie kapacity rezonančnou metódou

Obvykle sa používa merný kondenzátor, ktorého kapacitu môžeme meniť zmenou vzdialenosti d jeho elektród. Postup pri meraní je nasledovný: Po zvolení pracovnej frekvencie privedieme do

rezonancie rezonančný obvod tvorený cievkou s indukčnosťou L_n a kondenzátorom s kapacitou C_n . Následne pripojíme merný kondenzátor s kapacitou C_x , ktorý je paralelne prepojený s pomocnej cievkou o indukčnosti L_d . Zmenou indukčnosti L_d obnovíme rezonanciu. Pokiaľ je obvod v rezonancii, dôjde ku vykompenzovaniu imaginárnych zložiek impedancií merného kondenzátora a pomocnej cievky a paralelný rezonančný obvod tvorený merným kondenzátorom a pomocnou cievkou sa správa ako ohmický odpor, ktorého hodnota závisí od vlastností vlozenej vzorky. Pri meraní reálnej zložky permitivity najskôr privedieme do rezonancie obvod s vloženou vzorkou, pre ktorú bude vzdialenosť elektród d_1 . Po vybratí vzorky dôjde ku zmene kapacity merného kondenzátora a rozladeniu rezonančného obvodu. Rezonanciu obnovíme zmenou vzdialenosti elektród merného kondenzátora na hodnotu d_2 tak, aby sme dostali hodnotu kapacity merného kondenzátora s vloženou vzorkou. Pre veľkosť reálnej zložky permitivity potom platí

$$\varepsilon' = \frac{d_1}{d_2}. \quad (5.19a)$$

Imaginárnu zložku permitivity určíme z činiteľa akosti Q rezonančného obvodu. Postup je obdobný ako pri určení reálnej zložky permitivity. Najprv zmeriame činiteľ akosti Q_1 obvodu so vzorkou. Potom vzorku vyberieme a zmenou vzdialenosti elektród obnovíme pôvodnú hodnotu kapacity a tým aj rezonanciu. Zmeraná hodnota činiteľa akosti Q_2 obvodu bez vzorky bude väčšia ako Q_1 , pretože sa neuplatnia straty v skúmanom dielektriku. Stratový uhol určíme pomocou vzťahu [4]

$$\operatorname{tg} \delta = \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_2} \right) \frac{C_n}{C_d}. \quad (5.19b)$$

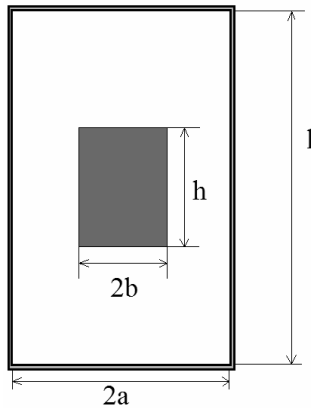
Zo znalosti stratového uhla a reálnej zložky permitivity je možné jednoducho vypočítať jej imaginárnu zložku, čím je meranie pre danú frekvenciu ukončené. Je potrebné zdôrazniť, že presnosť rezonančných metód v oblasti vysokých frekvencií je nižšia ako pri mostíkových metódach a nižších frekvenciách práve vďaka vplyvu parazitných kapacít a indukčností, ktorých úplné potlačenie je veľmi obtiažne. Presnosť merania je približne 2 % pre kapacitu merného kondenzátora a 5 % pre stratový uhol, pričom chyby určenia oboch veličín sa zväčšujú so zvyšujúcou sa frekvenciou.

5. oblasť veľmi vysokých frekvencií Ako už bolo uvedené, v tejto frekvenčnej oblasti je už nutné pracovať s obvodmi s rozloženými parametrami, keďže vlnová dĺžka elektromagnetického poľa je menšia ako 30 cm. Napriek tomu je princíp meracích metód obdobný ako v oblastiach s nižšími frekvenciami. Konkrétnejšie, aj v oblasti veľmi vysokých frekvencií sa s výhodou používajú rezonančné metódy,

prípadne metódy založené na určení impedancie časti obvodu, do ktorej je vložené skúmané dielektrikum. Zásadný rozdiel je však v technickej realizácii meracieho obvodu. V oblasti veľmi vysokých frekvencií sa pri rezonančných metódach používajú dutinové rezonátory, v ktorých sa vďaka vhodne zvoleným geometrickým rozmerom a frekvencii vytvára jediný mód elektromagnetického poľa charakterizovaný špecifickým priestorovým a časovým rozložením intenzít elektrickej a magnetickej zložky elektromagnetického poľa [48]. Uvedené rozloženie je možné vypočítať riešením Maxwellových rovníc s danými okrajovými podmienkami. Pokiaľ je v dutinovom rezonátore prítomný iba jeden mód elektromagnetického poľa aj po vložení vzorky, hľadané zložky reálnej a imaginárnej časti permitivity sa určia zo zmeny rezonančnej frekvencie a činiteľa akosti dutinového rezonátora bez vzorky a so vzorkou. Všeobecný tvar príslušných vzťahov je nasledovný [48]

$$\frac{f_0 - f}{f_0} = (\epsilon' / \epsilon_0 - 1) \frac{\int_V \hat{E} \hat{E}^* dV}{\int_V \hat{E} \hat{E}^* dV} \quad \frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0} = \epsilon'' / \epsilon_0 \frac{\int_V \hat{E} \hat{E}^* dV}{\int_V \hat{E} \hat{E}^* dV}, \quad (5.20a, 5.20b)$$

kde f_0 a f predstavuje rezonančnú frekvenciu rezonátora bez vzorky a so vzorkou, Q_0 a Q označuje príslušné činitele akosti, \hat{E} je komplexný vektor elektrickej intenzity pričom hviezdička označuje jeho komplexne združenú zložku. Parameter V označuje objem rezonátora, zatiaľ čo V' označuje objem vlozenej vzorky. Konkrétne hodnoty integrálov sú určené typom módu v rezonátore, druhom rezonátora, polohou a rozmermi vzorky. V takom prípade bude výpočet integrálov vo vzťahoch (5.20a, 5.20b) podstatne jednoduchší. Je teda zrejmé, že ak hľadáme vzťah medzi rezonančnými frekvenciami resp. činiteľmi akosti dutinového rezonátora bez vzorky a so vzorkou a hodnotami reálnej a imaginárnej zložky permitivity, jeho konkrétna podoba bude určená nielen tvarom rezonátora, tvarom, objemom a polohou vzorky, ale aj typom módu, ktorý sa nachádza v rezonátore. Samozrejme je nutné dodržať podmienku jednomódového režimu a to aj po vložení vzorky. Ukazuje sa, že nerovnosť $\epsilon' V' \ll \epsilon_0 V_0$, kde ϵ' a V' reálna časť permitivity a objem skúmanej látky a V je objem rezonátora, je vhodným kritériom pre udržanie jednomódového režimu bez vzorky a aj so vzorkou. Nesplnenie uvedenej nerovnosti by vďaka $\epsilon' V' \gg 1$ mohlo viesť k výraznému zníženiu kritickej frekvencie a tým k umožneniu šírenia aj vyšších TE resp. TM módov, viď vzťahy (5.40) a (5.41.) V ďalšom uvedme typické príklady používaných dutinových rezonátorov spolu s umiestnením vzorky a príslušným módom [4]. Na obr. 5.13 je znázornený valcový rezonátor, do ktorého sa vkladá vzorka taktiež



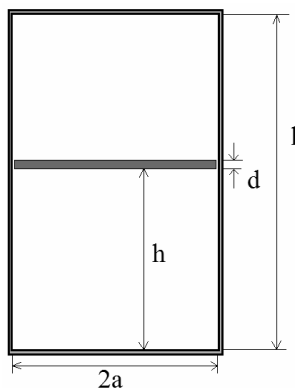
Obr. 5.13 Umiestnenie valcovej vzorky vo valcovom rezonátore s módom TM_{010}

valcovitého tvaru. Vzorka je umiestnená v strede rezonátora, pričom os vzorky je rovnobežná s osou rezonátora. Pokiaľ sa rezonátor nachádza v jednomódovom režime s módom TM_{010} , vedie výpočet pravej strany rovníc (5.20a), (5.20b) k vzťahom

$$\frac{\epsilon'}{\epsilon_0} = 1 + 0.539 \left(\frac{a}{b}\right)^3 \frac{l}{h} \frac{f_0 - f}{f_0} \quad (5.45)$$

$$\frac{\epsilon''}{\epsilon_0} = 0.269 \left(\frac{a}{b}\right)^3 \frac{l}{h} \left(\frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0}\right). \quad (5.46)$$

Presnosť merania v uvedenom usporiadaní je obvykle na úrovni 3 % pre reálnu časť permitivity a približne 10 % pre stratový uhol, kvôli



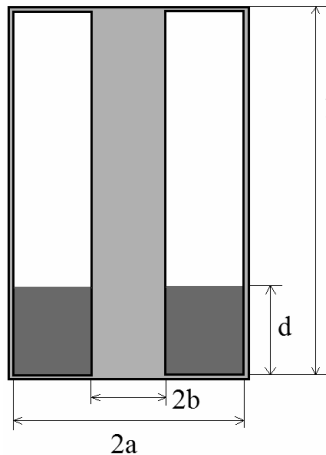
Obr. 5.14 Umiestnenie vzorky v tvare disku vo valcovom rezonátore s módom TE_{010}

nepresnejšiemu určeniu činiteľa akosti. Pokiaľ v uvedenom rezonátore zmeníme tvar vzorky na tenký disk, dostaneme sa k usporiadaniu uvedenom na obr. 5.14. Vzorka má hrúbku oveľa menšiu ako je výška rezonátora, zatiaľ polomer vzorky je temer rovnaký ako polomer rezonátora. Pri splnení uvedených predpokladov a pre mód TE_{010} dostávame vzťahy

$$\frac{\varepsilon'}{\varepsilon_0} = 1 + \frac{2(f_0 - f)}{f_0} \frac{1}{\frac{d}{l} - \frac{1}{\pi} \left[\cos \frac{\pi}{l} (2h + d) \sin \frac{\pi}{l} d \right]} \quad (5.47)$$

$$\frac{\varepsilon''}{\varepsilon_0} = 2 \left(\frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{1}{\frac{d}{l} - \frac{1}{\pi} \left[\cos \frac{\pi}{l} (2h + d) \sin \frac{\pi}{l} d \right]} \quad (5.48)$$

Iným typom dutinového rezonátora je tzv. koaxiálny rezonátor pozostávajúceho z dvoch koncentrických valcov, obr. 5.15. Vzorka je v tomto prípade umiestnená na okraji rezonátora.



Obr. 5.15 Umiestnenie vzorky v koaxiálnom rezonátore

Jednotlivé zložky permitivity sú v uvedenom usporiadaní určené nasledovne

$$\frac{\varepsilon'}{\varepsilon_0} = \tan^2 \frac{2\pi}{\lambda} d \cot g \frac{2\pi}{\lambda_0} (l - d) \quad (5.49)$$

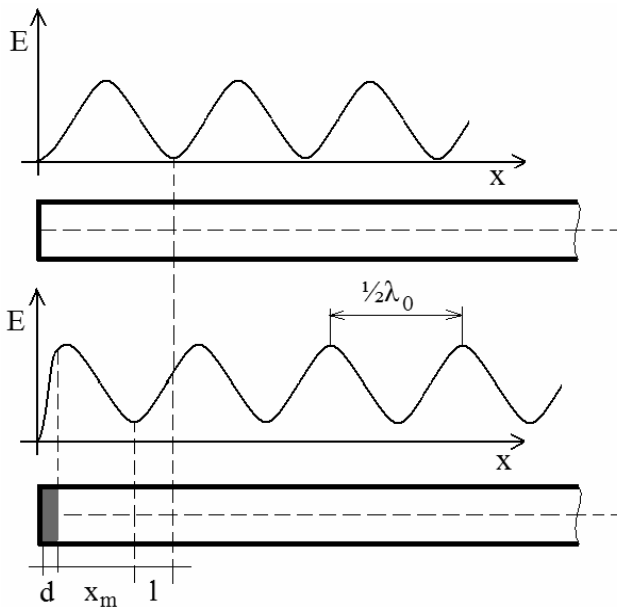
$$\tan \delta = \frac{d + \alpha(l - d)}{d + \frac{\alpha\lambda_0}{2\pi} \sin \left[\frac{2\pi}{\lambda_0} (l - d) \right]} \left(\frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0} \right), \quad (5.50)$$

kde

$$\alpha = \sin^2\left(\frac{2\pi d}{\lambda}\right) \cos^{-2}\left(2\pi \frac{l-d}{\lambda_0}\right) \quad (5.51)$$

pričom λ a λ_0 predstavuje vlnovú dĺžku rezonančnej vlny v rezonátore so vzorkou a bez nej. Poznamenajme, že koaxiálny rezonátor sa v experimentálnej praxi používa iba zriedkavo, pretože si vyžaduje náročnú prípravu vzorky tak, aby vzorka presne zapadla do príslušnej časti rezonátora.

Okrem rezonančných metód sa pri meraniach v oblasti veľmi vysokých frekvencií používajú aj tzv. vlnovodné metódy [49]. Tieto sú založené na použití neladeného úseku vlnovodu, kde sa skúma vplyv vloženia vzorky na priestorové rozloženie intenzity elektromagnetického poľa. Vlnovodné metódy objasníme na príklade vlnovodu zakončeného nakrátko, kde na konci je umiestnená skúmaná vzorka. Situácia je znázornená na obr. 5.16.



Obr. 5.16 Stojaté vlny v prázdnom vlnovode a vo vlnovode so vzorkou

Pokiaľ je vlnovod prázdny, vďaka zakončeniu nakrátko dôjde v ňom ku vzniku stojatých vln, pričom hodnota intenzity poľa v uzloch je nulová a kmitne (resp. uzly) sú od seba vzdialené o hodnotu $1/2\lambda_0$, kde λ_0 je dĺžka vlny vo vlnovode bez vzorky. Ak do vlnovodu umiestnime vzorku dôjde k posunu uzlov smerom k vzorke o určitú

vzdialenosť l , keďže v prostredí s permitivitou väčšou ako je permitivita vákua sa vlnová dĺžka skrúti. Navyše, keďže dielektrikum má obvykle nenulovú aj imaginárnu zložku permitivity, premení sa časť vlny dopadajúcej na dielektrikum na teplo a jej intenzita poklesne. Následne v nezaplnenej časti vlnovodu bude intenzita vlny odrazenej od záťaže menšia ako intenzita dopadajúcej vlny. Z tohto dôvodu, už nebude intenzita poľa v uzloch nulová. Ak dokážeme experimentálne určiť pomer intenzít v uzloch a kmitniach po vložení vzorky ako aj veľkosť posunu minima intenzity je možné vypočítať permitivitu na základe vzťahu [49]

$$\frac{\tan \gamma d}{\gamma} = -i \frac{\lambda_0}{2\pi d} \frac{1 - iS \tan \frac{2\pi}{\lambda_0} x_m}{S - i \tan \frac{2\pi}{\lambda_0} x_m}, \quad (5.52)$$

kde S je pomer maximálnych a minimálnych hodnôt intenzít, x_m označuje polohu prvého maxima v intenzite od povrchu vzorky, d je hrúbka vzorky. Pritom parameter γ súvisí s komplexnou permitivitou nasledovne

$$\gamma = \frac{2\pi}{\lambda_{vac}} \sqrt{\frac{\hat{\epsilon}}{\epsilon_0} - \left(\frac{\lambda_{vac}}{\lambda_c}\right)^2}. \quad (5.53)$$

Vo vzťahu (5.53) predstavuje λ_{vac} dĺžku vlny vo vákuu, λ_c je medzná vlnová dĺžka vlny, ktorá sa ešte môže vo vlnovode šíriť. Riešenie uvedených rovníc je vo všeobecnosti technicky náročnejšie, obvykle sa používa metóda postupnej aproximácie, samotné meranie patrí taktiež medzi zložitejšie. Na druhej strane popísaná vlnovodná metóda, ako aj jej modifikácie patrí medzi presnejšie metódy umožňujúce určiť permitivitu s presnosťou až 1 %.

5.6 Analýza frekvenčnej závislosti permitivity

Pri vyhodnocovaní dielektrických meraní nás zaujíma predovšetkým vzťah komplexnej permitivity k štruktúrnym parametrom [51]. Ako už bolo naznačené v úvode k dielektrickým meraniam, v dielektrických materiáloch dochádza vplyvom vonkajšieho elektrického poľa k polarizácii dielektrika vplyvom nasledovných mechanizmov:

- posunom elektrónov voči jadrám, tzv. elektrónovou polarizáciou,
- posunom jadier navzájom voči sebe, tzv. jadrovou polarizáciou,
- orientáciou dipólových momentov do smeru vonkajšieho elektrického poľa.

Posledný mechanizmus sa uplatňuje iba v polárnych dielektrikách, ktoré majú vo svojich molekulách nesymetricky usporiadané náboje, takže majú nenulový dipólový moment aj v nulovom elektrickom poli.

Pre nepolárne látky je veľkosť výsledného vektora polarizácie P priamo úmerná veľkosti vonkajšieho elektrického poľa

$$P = (\varepsilon'_r - 1)\varepsilon_0 E. \quad (5.54)$$

Ak uvažujeme jednu molekulu, alebo atóm, ktorý môžeme považovať za guľovo symetrický a voľný, budú jeho dipólový moment p taktiež priamo úmerný veľkosti vonkajšieho elektrického poľa

$$p = \varepsilon_0 \alpha E \quad (5.55)$$

kde parameter α predstavuje polarizovateľnosť látky. Následne možno pre nepolárne látky v priblížení voľných a neinteragujúcich atómov resp. molekúl uviesť vzťah

$$\varepsilon_r - 1 = n\alpha, \quad (5.56)$$

v ktorom n predstavuje počet častíc v jednotke objemu. Je zrejmé, že uvedené priblíženie je vyhovujúce predovšetkým pre plyny pri nízkych tlakoch. V prípade plynov pri vyšších tlakoch a kvapalín už spomenuté priblíženie nie je vhodné a vzťah medzi ε_r a α bude zložitejší. Všeobecný vzťah medzi makroskopickou charakteristikou látky (relatívnou permitivitou) a polarizovateľnosťou (mikroskopickou veličinou) pre plyny a kvapaliny odvodili R. Clausius a O. F. Mossoti a je známy ako Clausiussov – Mossotihov vzťah [51]

$$\varepsilon_r - 1 = \frac{n\alpha}{1 - \frac{n\alpha}{3}}. \quad (5.57)$$

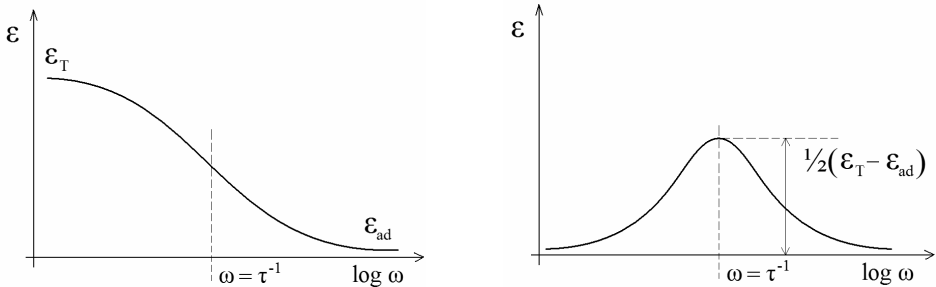
Poznamenajme, že pre nízke tlaky ($na/3 \ll 1$) rovnica (5.57) prechádza na rovnicu (5.56). Na druhej strane v polárnych a tuhých látkach je $na/3 \gg 1$ a Clausiussov – Mossotihov vzťah už platiť nebude. V prípade tuhých látok sa obvykle v oblasti stredných a vysokých frekvencií pozoruje nenulová imaginárna zložka komplexnej permitivity, ktorá vykazuje oblé maximum. Jej prítomnosť súvisí s relaxačnými procesmi v skúmanej látke, kedy dipólové momenty atómov nestačia sledovať časové zmeny vonkajšieho elektrického poľa. Pokiaľ v skúmanom systéme dominuje jediný relaxačný proces, ktorý možno charakterizovať jedným relaxačným časom, je možné frekvenčnú závislosť komplexnej permitivity opísať v tzv. Debyovej aproximácii [52]

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{ad} + \frac{\epsilon_T - \epsilon_{ad}}{1 + i\omega\tau}, \quad (5.58)$$

kde τ označuje relaxačný čas, ϵ_T predstavuje izotermickú permitivitu kedy je podsystem elektrických dipólov v ideálnej termodynamickej rovnováhe z mriežkovým podsystemom, ϵ_{ad} predstavuje adiabatickú permitivitu kedy sú uvedené systémy od seba oddelené a nevymieňajú si medzi sebou žiadnu energiu. Je zrejmé, že pre veľkosť permitivity platí $\epsilon(\omega \rightarrow 0) = \epsilon_T$, na druhej strane, $\epsilon(\omega \rightarrow \infty) = \epsilon_{ad}$. Pri experimentálnom štúdiu sú však meranými veličinami reálna (ϵ') a imaginárna (ϵ'') zložka permitivity. Vzniká otázka, aký je vzťah medzi zložkami permitivity meranými v experimente a permitivitami ϵ_T a ϵ_{ad} , ktoré z hľadiska budenia vonkajším elektrickým poľom predstavujú limitné situácie. Ako ukázali Casimir a Du Pre, pokiaľ uvažujeme systém charakterizovaný jediným relaxačným časom, bude pre jednotlivé zložky permitivity platiť [4]

$$\epsilon' = \frac{\epsilon_T - \epsilon_{ad}}{1 + \omega^2\tau^2} + \epsilon_{ad} \quad \text{resp.} \quad \epsilon'' = \frac{\omega\tau(\epsilon_T - \epsilon_{ad})}{1 + \omega^2\tau^2}. \quad (5.59a,b)$$

Frekvenčná závislosť oboch zložiek permitivity je načrtnutá na obr. 5.17a,b. Reálna zložka permitivity je charakterizovaná monotónnym poklesom z hodnoty ϵ_T pri nulovej frekvencii k hodnote ϵ_{ad} v oblasti veľmi vysokých frekvencií, pričom uvažovaná frekvenčná závislosť vykazuje pre $\omega = 1/\tau$ inflexný bod. Imaginárna zložka permitivity vykazuje práve pre $\omega = 1/\tau$ oblé maximum, zatiaľ čo v oblasti nízkych a vysokých frekvencií jej hodnoty klesajú smerom k nule.



Obr. 5.17 Frekvenčná závislosť reálnej zložky permitivity (vpravo)

Obr. 5.17 Frekvenčná závislosť imaginárnej zložky permitivity (vľavo)

Tvar získaných závislostí nám dáva možnosť experimentálne určiť hodnotu relaxačného času pre dané experimentálne podmienky (teplota, intenzita elektrického poľa, tlak, atď.) a tak postupne zostrojiť napr. teplotnú závislosť relaxačného času, analýzou ktorej môžeme určiť fyzikálny mechanizmus relaxácie.

Veľmi často sú však frekvenčné závislosti imaginárnej permitivity tuhých látok charakterizované značne širokým oblým maximom, ktoré nemožno opísať použitím vzťahu (5.59b). Príčinou je existencia viacerých relaxačných procesov v skúmanej látke, takže Debyove priblíženie už nie je vhodné. V tejto situácii za zavádza distribúcia relaxačných časov $F(\tau)$, kde hodnota výrazu $F(\tau)d\tau$ vyjadruje pravdepodobnosť, že relaxačný čas sa nachádza v intervale hodnôt $(\tau, \tau+d\tau)$. Jednou z možných distribúcií je Coleova - Coleova distribúcia charakterizovaná hlavnou hodnotou relaxačného času τ_0 a parametrom β , ktorý charakterizuje jej pološírku

$$F(\tau) = \frac{1}{2\pi\tau} \frac{\sin \beta\pi}{\cosh(1-\beta)\ln(\tau/\tau_0) - \cos \beta\pi}. \quad (5.60)$$

Ako ukázali K. Cole a R. Cole [55], pre uvedenú distribúciu relaxačných časov je možné modifikovať rovnicu (5.58) nasledovne

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{ad} + \frac{\epsilon_T - \epsilon_{ad}}{1 + (i\omega\tau_0)^\beta}. \quad (5.61)$$

Poznamenajme, že existuje viac návrhov pre distribučnú funkciu relaxačných časov, niektoré z nich sú empirické, iné vychádzajú z fyzikálnych modelov, pričom vhodná distribučná funkcia sa vyberá práve na základe štúdia frekvenčnej závislosti reálnej a imaginárnej zložky permitivity.

6. Meranie tepelných vlastností – tepelná kapacita a tepelná vodivosť magnetických látok

6.1 Príspevky k tepelnej kapacite

Charakterizácia látok z hľadiska ich tepelných vlastností predstavuje veľmi dôležitý zdroj informácií o procesoch v nich prebiehajúcich, má však zásadný význam aj pri možnom využití látok v technickej praxi. Najdôležitejšími veličinami skúmanými pri štúdiu tepelných vlastností látok sú tepelná kapacita a tepelná vodivosť.

Tepelná kapacita je definovaná ako množstvo tepla, ktoré potrebujeme na zohriatie jednotkového (objemového, hmotnostného, molárneho) množstva látky o jeden teplotný stupeň. Matematicky možno definíciu tepelnej kapacity uviesť nasledovne [56]

$$C_X = \lim_{T \rightarrow 0} \left(\frac{dQ}{dT} \right)_X, \quad (6.1a)$$

kde X je vonkajší parameter, ktorý je konštantný. Uvedeným parametrom môže byť napr. tlak, objem, elektrické alebo magnetické pole, atd. Je známe, že tepelná kapacita súvisí s ďalšími termodynamickými veličinami, napr. s entropiou vyjadrujúcou mieru neusporiadania v systéme

$$S(T) = \int_0^T \frac{C(T')}{T'} dT'. \quad (6.1b)$$

Keďže podľa tretieho zákona termodynamiky je entropia látky pri teplote absolútnej nuly rovná nule, z rovnice (6.1b) vyplýva, že aj tepelná kapacita musí s klesajúcou teplotou klesať k nule a to rýchlejšie ako prvá mocnina teploty. Bolo by možné diskutovať aj o iných vzťahoch medzi tepelnou kapacitou a ďalšími termodynamickými veličinami, avšak tieto nám neobjasnia fyzikálne mechanizmy zodpovedné za teplotnú závislosť tepelnej kapacity. Ukazuje sa, že vhodnejší je prístup s využitím štatistickej fyziky. Vskutku, mikroskopický teoretický popis umožňuje predpovedať polohy energetických hladín, na ktorých môžu byť častice (atómy, molekuly), alebo kvázičastice (kvantá kmitov mriežky) v skúmanej látke. Ak máme k dispozícii súbor energetických hladín $E_1, E_2 \dots E_N$, potom termodynamické vlastnosti látky možno vyjadriť cez tzv. partičnú funkciu Z [3]

$$Z = \sum_i \exp\left(\frac{-E_i}{k_B T}\right), \quad (6.2a)$$

kde k_B je Boltzmannova konštanta. Pomocou partičnej funkcie je možné vyjadriť Helmholtzovu voľnú energiu na jeden mól častíc

$$A = -k_B T \ln Z. \quad (6.2b)$$

Odtiaľ je jednoduché vyjadriť vzťahy pre entropiu a tepelnú kapacitu

$$S = -\left(\frac{\partial A}{\partial T}\right)_V, \quad C_V = T \left(\frac{\partial^2 (k_B T \ln Z)}{\partial T^2}\right)_V. \quad (6.3a,b)$$

Je zrejmé, že uvedený prístup nám dáva experimentálnym štúdiom tepelnej kapacity možnosť overiť platnosť teoretických modelov navrhujúcich pre skúmanú látku súbor energetických hladín $E_1, E_2 \dots E_N$. Keďže reálna látka obsahuje rôzne podsystemy (napr. mriežkový, elektrónový, magnetický), vzniká otázka ako bude vyzerat' jej partičná funkcia resp. tepelná kapacita. Pokiaľ budú v systéme dominantné interakcie v rámci jednotlivých podsystemov a prenos energie medzi podsystemami možno považovať za poruchu, bude partičná funkcia celého systému daná ako súčin partičných funkcií Z_l, Z_m a Z_e mriežkového, magnetického a elektrónového podsystemu.

$$Z = Z_l Z_m Z_e. \quad (6.4)$$

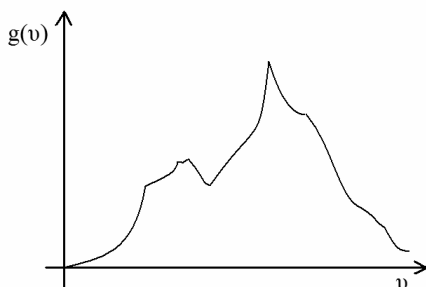
Následne, s uvažovaním vzťahu (6.2b) bude výsledná tepelná kapacita daná súčtom tepelných kapacít jednotlivých podsystemov. V ďalšej časti postupne uvažíme jednotlivé príspevky z hľadiska informácie akú môžeme o skúmanej látke získať analýzou príslušného príspevku.

Mriežkový príspevok pochádza od kmitov mriežky (fonónov) a je daný vzťahom [3]

$$C = 3R \int_0^\infty \left(\frac{1}{k_B T}\right) \cosh^2 \left(\frac{1}{2} \frac{h\nu}{k_B T}\right) g(\nu) d\nu, \quad (6.5)$$

kde ν je frekvencia kmitov, h je Planckova konštanta, R je univerzálna plynová konštanta a funkcia $g(\nu)$ určuje hustotu fonónových stavov, takže výraz $g(\nu)d\nu$ vyjadruje počet stavov vo frekvenčnom intervale $(\nu, \nu + d\nu)$. Funkcia $g(\nu)$ sa v literatúre označuje ako fonónové frekvenčné spektrum. Príklad fonónového frekvenčného spektra je uvedený na obr. 6.1. Zo všeobecného vzťahu (6.5) môžeme odvodiť správanie sa tepelnej kapacity pri vysokých a aj pri nízkych teplotách. Pre vysoké teploty, kedy sú obsadené všetky stavy vo frekvenčnom spektre, prechádza vzťah (6.5) na Dulong – Petitov zákon, podľa

ktorého je $C(T) = 3R$. Naopak pri nízkych teplotách kedy dominujú stavy s $\nu \rightarrow 0$, je možné



Obr. 6.1 Príklad fonónového frekvenčného spektra tuhej látky

vzťah (6.5) zjednodušíť s uvážením Einsteinovho resp. Debyeovoho modelu nasledovne

pre $g(\nu) = \delta(\nu - \nu_E)$ je $C_V = 3R \left(\frac{T_E}{T} \right) \exp\left(-\frac{T_E}{T} \right)$, kde $T_E = \frac{h\nu_E}{k_B}$
(6.6a)

pre $g(\nu) = \nu^2, \nu \in (0, \nu_D)$ je $C_V = \frac{12}{5} R \pi^4 \left(\frac{T}{T_D} \right)^3$, kde $T_D = \frac{h\nu_D}{k_B}$
(6.6b)

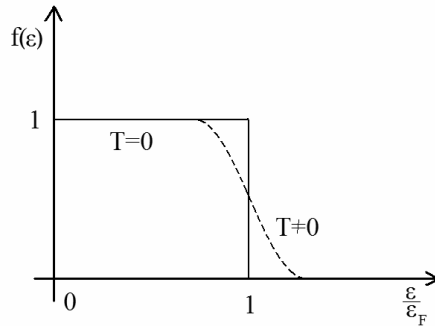
Zmysel Einsteinovho a Debyeovho prístupu je zrejmý. Zatiaľ čo Einsteinov model predpokladá, že všetky vibračné stavy majú jedinou frekvenciu, Debyeov model je založený na predstave kvadratickej závislosti hustoty fonónových stavov, čo pri nízkych teplotách predstavuje realistickejšiu aproximáciu fonónového spektra. Vskutku, analýzou mriežkovej časti tepelnej kapacity mnohých látok použitím Debyeovho priblíženia je možné nepriamo získať informáciu o tvare fonónového spektra.

Elektrónový príspevok k tepelnej kapacite pochádza od elektrónov pohybujúcich sa v látke. Pre určenie jeho veľkosti je rozhodujúce, že elektróny patria medzi fermióny a teda riadia sa Fermi – Diracovou štatistikou, podľa ktorej je rozdeľovacia funkcia daná vzťahom [7]

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{1 + \exp[(\varepsilon - \varepsilon_F) / k_B T]}, \quad (6.7)$$

kde ε_F predstavuje Fermiho energiu. Význam Fermiho energie je zrejmý, ak uvážime rozdeľovaciu funkciu (6.7) pri teplote absolútnej nuly (plná čiara z obr. 6.2) a pri vyššej teplote (čiarkovaná čiara z obr. 6.2). Pri teplote absolútnej nuly budú v systéme fermiónov

úplne zaplnené energetické hladiny počnúc najnižšou hladinou až po ε_F , pričom vyššie energetické stavy ostávajú neobsadené. Pri zvýšení



Obr. 6.2 Fermi – Diracova distribučná funkcia

teploty na hodnotu T_1 sú elektróny z plne obsadených hladín vzdialených približne o $k_B T_1$ od ε_F excitované na voľné hladiny nad ε_F , takže dochádza k teplotnému rozmazaniu prechodu medzi obsadenými a voľnými stavmi. Poznamenajme, že hodnota tzv. Fermiho teploty $k_B T_F = \varepsilon_F$ je pre bežné kovové materiály okolo 50 000 K, takže pri izbových teplotách je teplotné rozmazanie prechodu medzi voľnými a obsadenými stavmi v rozdeľovacej funkcii nevýrazné. Príspevok voľných elektrónov k tepelnej kapacite určíme pomocou strednej hodnoty energie, ktorá je daná vzťahom

$$E = 2V \int_0^{\infty} \varepsilon f(\varepsilon) N(\varepsilon) d\varepsilon, \quad (6.8)$$

kde $N(\varepsilon)$ predstavuje funkciu charakterizujúcu počet možných stavov s energiami v intervale $(\varepsilon, \varepsilon + d\varepsilon)$ a V je objem obsadený elektrónmi. Dá sa ukázať, že vzťah (6.8) je možné upraviť nasledovne [3]

$$E = E_0 + \frac{1}{3} \pi^2 V (k_B T)^2 N(\varepsilon_F), \quad (6.9)$$

kde $N(\varepsilon_F)$ predstavuje hustotu stavov na Fermiho ploche a E_0 referenčnú energetickú úroveň. Príspevok k tepelnej kapacite určíme jednoducho deriváciou strednej hodnoty energie podľa teploty

$$C_e = \frac{2}{3} \pi^2 k_B^2 V N(\varepsilon_F) T = \gamma T. \quad (6.10)$$

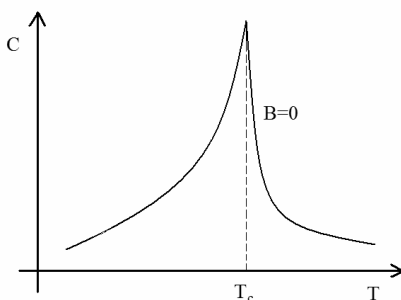
Je zrejmé, že elektrónový príspevok k tepelnej kapacite je lineárnou funkciou teploty, kde konštanta úmernosti (tzv. Sommerfeldova konštanta) obsahuje informáciu o hustote stavov na Fermiho ploche. Túto konštantu môžeme prepísať aj iným spôsobom využijúc vzťah

z teórie tuhých látok, ktorý dáva do súvisu práve hustotu stavov na Fermiho ploche a hmotnosť elektrónov m

$$VN(\varepsilon_F) = \frac{2\pi m}{h^2} \left(\frac{3N_A V^2}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}}, \quad (6.11)$$

Pri popise reálnych materiálov sa však zavádza koncept efektívnej hmotnosti m^* , v ktorej je zahrnutý vplyv interakcií elektrónu so svojim okolím. Veľkosť efektívnej hmotnosti a tým mieru interakcie medzi elektrónmi a ďalšími stupňami voľnosti v látke môžeme určiť práve štúdiom elektrónového príspevku k tepelnej kapacite.

Magnetický príspevok k tepelnej kapacite pochádza od vzájomného pôsobenia magnetických iónov resp. interakcie magnetických iónov a ich najbližšieho okolia. Magnetické ióny medzi sebou interagujú prostredníctvom výmennej interakcie a dipól – dipólovej interakcie. Pokiaľ je usporadujúci vplyv uvedených interakcií výraznejší ako vplyv tepelného pohybu iónov v mriežke dôjde vo väčšine magnetických materiálov k magnetickému usporiadaniu pri istej kritickej teplote T_c . Prechod do magneticky usporiadaného stavu je fázovým prechodom, ktorý sa v tepelnej kapacite prejaví ako ostrá tzv. λ -anomália znázornená na obr. 6.3a [57]. Vzhľadom k tvaru uvedenej anomálie je určenie kritickej teploty z dát tepelnej kapacity oveľa presnejšie

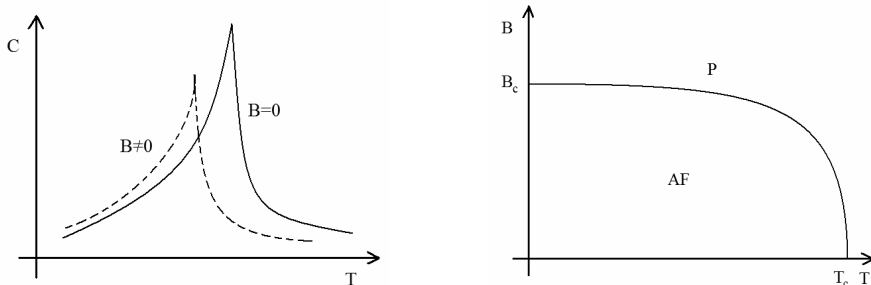


Obr. 6.3a Tepelná kapacita látky s fázovým prechodom

ako napr. z magnetickej susceptibility, kde obdobná anomália pri kritickej teplote nie je pozorovaná. Navyše, ako ukazujú výsledky rôznych teoretických modelov, je možné teplotnú závislosť tepelnej kapacity v blízkom okolí kritickej teploty (tzv. kritickej oblasti) opísať vzťahom

$$C_M = \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)^\alpha, \quad (6.12)$$

kde hodnota kritického koeficientu α nesie informácie o magnetickej rozmernosti a anizotropii v skúmanom systéme. Existenciu λ -anomálie v tepelnej kapacite môžeme využiť aj pri konštrukcii fázových diagramov. Ak budeme systematicky experimentálne študovať teplotnú závislosť tepelnej kapacity v rôznych magnetických poliach (obr. 6.3b), dostaneme závislosť criticalkej teploty od magnetického poľa, ktorá nám určí fázové rozhranie medzi magneticky usporiadanou a neusporiadanou fázou, obr. 6.3c.



Obr. 6.3b Príklad teplotnej závislosti tepelnej kapacity v rôznych magnetických poliach

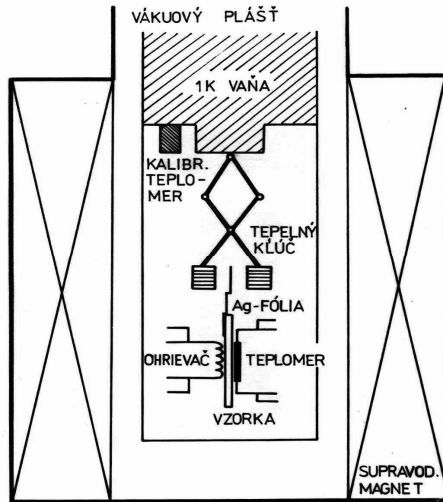
Obr. 6.3c Ilustratívny príklad fázového diagramu

Je teda zrejmé, že analýza jednotlivých príspevkov k tepelnej kapacite poskytuje rad informácii predovšetkým o termodynamických vlastnostiach skúmanej látky a preto štúdium tepelnej kapacity patrí k základným experimentálnym metódam.

6.2 Metódy merania tepelnej kapacity

Metódy merania tepelnej kapacity môžeme rozdeliť do dvoch skupín, podľa toho, či pri experimente dochádza k výmene tepla medzi vzorkou a okolím, alebo nie. Do prvej skupiny patrí adiabatická resp. kváziadiabatická metóda, do druhej skupiny zaraďujeme relaxačné metódy.

Adiabatická metóda merania tepelnej kapacity vychádza priamo z definície tepelnej kapacity 6.1. Základná myšlienka je veľmi jednoduchá – dodáme do vzorky definované množstvo tepla a sledujeme teplotný nárast, pričom sa usilujeme o minimalizáciu prenosu tepla zo vzorky do okolia a naopak, z okolia do vzorky. Technická realizácia môže byť náročnejšia, uveďme príklad experimentálneho usporiadania pre realizáciu uvedenej metódy v oblasti nízkych teplôt. Možné experimentálne usporiadanie je zobrazené na obr. 6.4. [58]

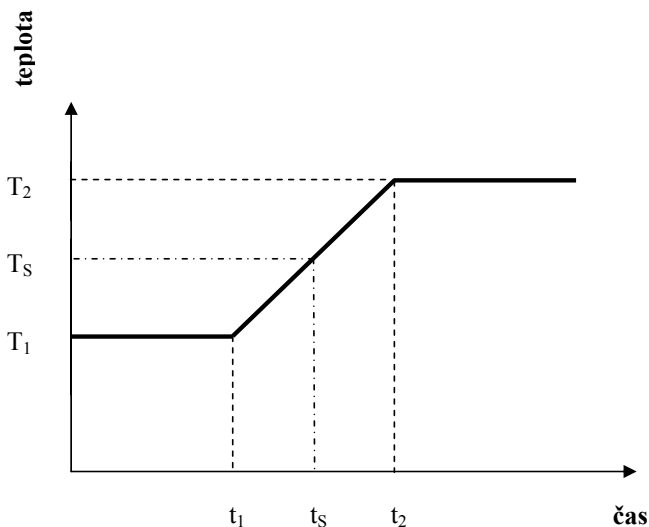


Obr. 6.4 Experimentálne usporiadanie pre meranie tepelnej kapacity adiabatickou metódou [58]

Na vzorku je z jednej strany nalepený odporový ohrievač, ktorým generujeme teplo ΔQ , z druhej strany je teplomer, obvykle taktiež odporový, na meranie nárastu teploty ΔT . V prípade ideálnych adiabatických podmienok, ak je do skúmaného systému dodávaný počas doby $\Delta t = t_2 - t_1$ konštantný tepelný výkon P , tento spôsobí zmenu teploty $\Delta T = T_2 - T_1$ vyvolanú prijatím dodaného tepla, kde T_1 je teplota vzorky pred pulzom a T_2 teplota po ohrevnom pulze. Pokiaľ je ΔT malé, t.j. nárast teploty ΔT predstavuje približne 1% z T_1 , možno tepelnú kapacitu v intervale $\langle T_1 T_2 \rangle$ považovať za konštantnú a následne ju určiť zo vzťahu

$$C(T_s) = \frac{P \cdot \Delta t}{\Delta T} = \frac{Q}{\Delta T}, \quad (6.13)$$

kde $T_s = \frac{1}{2}(T_1 + T_2)$ je stred teplotného intervalu. V teplotnej oblasti, kde nastáva veľmi rýchla zmena tepelnej kapacity, napr. v oblasti fázových prechodov je potrebné ešte viac znížiť veľkosť ΔT , avšak spodná hranica ΔT je určená presnosťou kalibrácie teplomera. Jeden merací cyklus pozostávajúci z merania vzorky pred pulzom, ohrevu vzorky a merania teploty vzorky po pulze umožňuje zmeranie jednej hodnoty tepelnej kapacity C pri teplote T_s . Časový priebeh teploty pri meraní v ideálnych adiabatických podmienkach je uvedený na obr. 6.5.



Obr. 6.5 Časový priebeh teploty pri meraní tepelnej kapacity v ideálnych adiabatických podmienkach

V reálnom experimente vždy existujú odchýlky od adiabatických podmienok. K nežiaducej výmene tepla medzi vzorkou a okolím prispievajú následovne mechanizmy: konečná tepelná vodivosť nylonových vlákien a závesov kalorimetra a prívodných elektrických vodičov k teplomeru a ohrievaču, tepelná vodivosť zvyškového plynu v experimentálnom priestore, radiačná výmena tepla medzi kalorimetrom a rezervoárom, možné vibrácie vzorky a ohrev vírivými prúdmi objavujúci sa pri meraniach v meniacom sa magnetickom poli. Pri porušení adiabatických podmienok je ťažké určiť množstvo tepla Q_{PAR} , ktoré si vymieňa vzorka s okolím, preto miesto korekcie

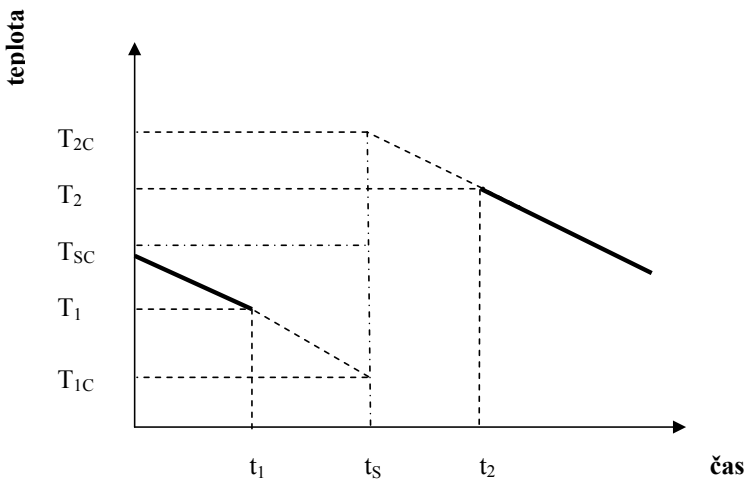
$C = \frac{Q - Q_{PAR}}{T_2 - T_1}$ sa používa korekcia pre veľkosť ΔT vo vzťahu (6.1) pri

ponechaní pôvodného pulzu tepla Q dodávaného do vzorky ohrievačom na kalorimetri. Pokiaľ nie je odchýlka od ideálnych podmienok značná, prejaví sa tak lineárnou závislosťou priebehu teploty na čase $T(t) = a + b \cdot t$, kde $b \approx \frac{1}{\tau_1}$. Parameter τ_1 sa nazýva

externý relaxačný čas a je definovaný vzťahom

$$\tau_1 = \frac{C}{K_1}, \quad (6.14)$$

kde C je tepelná kapacita vzorky a K_1 je tepelná vodivosť prostredia, ktorá nadobúda konečnú hodnotu ako dôsledok narušenia adiabatických podmienok. Hodnota veličiny τ_1 vyjadruje mieru adiabatčnosti. Ideálne adiabatické podmienky odpovedajú nulovej tepelnej vodivosti prostredia $K_1=0$, odtiaľ plynie $\tau_1 \rightarrow \infty$. Pre prípad $\tau_1 \gg t$, kde t je časové okno nášho experimentu, dosahujeme tzv. kváziadiabatické podmienky, zatiaľ čo pre $\tau_1 \approx t$ dochádza ku hrubému narušeniu adiabatických podmienok a miesto driftových priamok budeme pozorovať exponenciálny pokles teploty. Pri zachovaní kváziadiabatických podmienok používame korekciu na ΔT , ktorá spočíva v meraní časovej závislosti teploty vzorky pred a po pulze. Metódou najmenších štvorcov preložíme cez tieto experimentálne údaje priamky a následnou extrapoláciou týchto driftových priamok do stredu ohrevného intervalu t_s , $t_s = \frac{t_1 + t_2}{2}$ získame korigovanú hodnotu teplotnej zmeny ΔT_C , $\Delta T_C = T_{2C} - T_{1C}$, ktorú použijeme vo vzťahu (6.13) namiesto ΔT . Takto určenej experimentálnej hodnote $C(T_{SC}) = \frac{P \cdot \Delta t}{\Delta T_C}$ priradíme teplotu $T_{SC} = \frac{T_{2C} + T_{1C}}{2}$ (obr. 6.6).

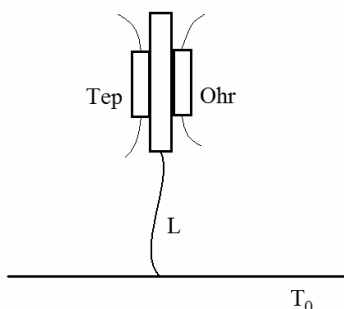


Obr. 6.6 Časový priebeh teploty pri meraní tepelnej kapacity v kváziadiabatickom priblížení

Dodanie množstva tepla ΔQ prechodom elektrického prúdu cez ohrievač vzorky v časovom intervale Δt vychýli vzorku z termodynamicky rovnovážneho stavu. Možno predpokladať, že vzorka bude potrebovať istý čas, tzv. interný relaxačný čas τ_{int} , na

obnovenie termodynamickej rovnováhy po skončení ohrevného pulzu. Korektné meranie kváziadiabatickou metódou vyžaduje, aby bola splnená podmienka $\tau_{int} \ll \tau_L$, inak môže dôjsť k deformácii časovej závislosti teploty po skončení ohrevného pulzu. Tepelný kľúč umožňuje počítačové ochladenie vzorky približne na teplotu rezervoára, ktorý je v usporiadaní z obr. 6.4 tvorený tzv. 1 K vaňou. Po rozopnutí tepelného kľúča je vzorka kváziadiabaticky oddelená a môže začať samotné meranie.

Relaxačné metódy sú založené na definovanom tepelnom kontakte medzi vzorkou a okolím [59]. Pri ich realizácii sa vychádza z usporiadania na obr. 6.7, kde je na vzorku nakontaktovaný teplomer *Tep*, ohrievač *Ohr*, a vzorka je s tepelným rezervoárom o teplote T_0 spojená tzv. tepelným linkom *L*. Relaxačné metódy si



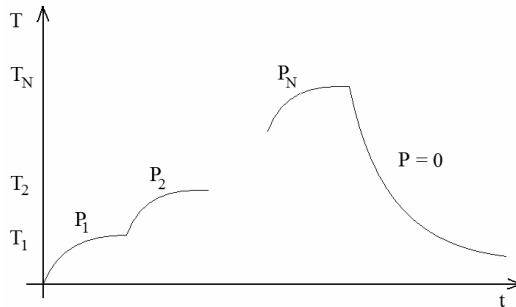
Obr. 6.7 Schéma usporiadania pre meranie tepelnej kapacity relaxačnou metódou

vyžadujú splnenie predpokladu, že obnovenie termodynamickej rovnováhy v systéme (ohrievač - vzorka - teplomer) je oveľa rýchlejšie ako čas τ_1 charakterizujúci ohrev resp. ochladzovanie uvedeného systému ako celku. Uvedenú skutočnosť môžeme matematicky vyjadriť nerovnosťou $\tau_2 \ll \tau_1$, kde τ_2 je interný relaxačný čas. Ak je počas ohrevnej fázy do systému dodávaný výkon P , ktorého časť prijme systém a časť odtečie cez link do rezervoára, potom energetická bilancia vyzerá nasledovne:

$$P = C(T) \frac{dT}{dt} + \int_{T_0}^T K_1(T') dT', \quad (6.15)$$

kde $K_1 = \kappa \cdot \frac{S}{l}$ je tepelná vodivosť linku priemeru S a dĺžky l a κ je merná tepelná vodivosť materiálu linku. V nasledujúcej časti uvedieme niekoľko relaxačných metód, ktoré sa od seba líšia spôsobom, akým sa pracuje so vzťahom (6.15).

Tzv. *step metóda* je založená na postupnom ohrievaní vzorky na teploty $T_1, T_2 \dots T_N$ pomocou výkonov $P_1, P_2 \dots P_N$ [60]. V každom kroku počkáme na ustálenie teploty vzorky. Vtedy bude celý dodávaný výkon P_i odvádzaný tepelným linkom do rezervoára. Načrtnutý postup nám umožňuje experimentálne určiť teplotnú závislosť výkonu odvádzaného tepelným linkom rezervoára $P(T)$ a to v teplotnom rozsahu od T_0 do T_N . Po vyhriatí vzorky na teplotu T_N je ohrievací výkon P vypnutý a vzorka sa nechá ochladzovať na teplotu rezervoára, pričom je monitorovaná ochladzovacia krivka (obr. 6.8).



Obr. 6.8 Časová závislosť teploty pri step metóde.

Keďže pri ochladzovaní je možné prepísať energetickú bilanciu (6.15) nasledovne

$$0 = C(T) \left(\frac{dT}{dt} \right)_{ochl} + \int_0^T K_1(T') dT' \quad (6.16)$$

a teplotnú závislosť výkonu odvádzaného linkom máme aproximovanú funkciou $P(T)$, môžeme tepelnú kapacitu vyjadriť nasledovne

$$C(T) = \frac{P(T)}{\left(\frac{dT}{dt} \right)_{ochl}} \quad (6.17)$$

Vzťah (6.17) nám dáva predpis pre spojitú funkciu charakterizujúcu teplotnú závislosť tepelnej kapacity v teplotnom rozsahu od T_0 do T_N . Je potrebné poznamenať, že uvedená metóda sa v experimentálnej praxi používa len zriedka, kvôli značnej časovej náročnosti. Konkrétnejšie, určenie funkcie $P(T)$ s dostatočnou presnosťou vyžaduje N-krát čakať na ustálenie sa teploty vzorky po zmene ohrevného príkonu. Ukazuje sa, že ak je charakteristický čas ohrevu resp. ochladzovania τ_1 , potom pre ustálenie sa teploty po zmene

príkone musíme počkať približne $10\tau_1$. Následne, hľadanie funkcie $P(T)$ pre daný teplotný interval si bude vyžadovať čas $10N\tau_1$, čo môže byť neprípustne dlho.

Tzv. metóda *dual-slope* vychádza z obdobného experimentálneho usporiadania [61]. Na začiatku meracieho cyklu je vzorka o teplote T_{\min} súvisle ohrievaná aplikáciou výkonu P z ohrievača na želanú teplotu T_{\max} . Potom sa výkon vypne a vzorka sa ochladí opäť na teplotu $T_{\min} \cong T_0$. Počas oboch častí cyklu, ohrevnej a ochladzovacej, je monitorovaná teplota vzorky. Ak okrem užitočného ohrievacieho výkonu uvažíme aj neželaný parazitný výkon, potom výkonovú bilanciu pre ohrievanie a chladenie popisujú rovnice

$$P_{PAR} + P = C(T) \left(\frac{dT}{dt} \right)^h + \int_{T_{\min}}^{T_{\max}} K(T) \frac{dT}{dz} dz \quad (6.18a)$$

$$P_{PAR} + 0 = C(T) \left(\frac{dT}{dt} \right)^c + \int_{T_{\min}}^{T_{\max}} K(T) \frac{dT}{dz} dz . \quad (6.18b)$$

Rovnica (6.18a) predstavuje ohrevnú časť meracieho cyklu (heating part), zatiaľ čo rovnica (6.18b) popisuje ochladzovaciu časť cyklu (cooling part). Obe rovnice sú uvedené vo všeobecnom tvare, keď sa predpokladá pozdĺž linku rôzna tepelná vodivosť. Za predpokladu, že parazitný výkon je konštantný počas celého meracieho cyklu, odčítaním rovníc (6.18a) a (6.18b) dostávame po jednoduchej úprave

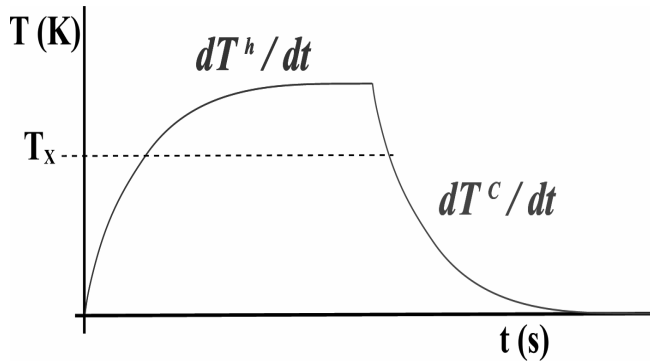
$$C(T_x) = \frac{P}{\left(\frac{dT}{dt} \right)^h - \left(\frac{dT}{dt} \right)^c} . \quad (6.19)$$

Je zřejmé, že na rozdiel od step metódy, v prípade dual - slope metódy nie je nutné explicitne poznať teplotnú závislosť výkonu odvádzaného linkom do tepelného rezervoára. Navyše výsledná hodnota tepelnej kapacity nie je zaťažená parazitným výkonom, pokiaľ je tento konštantný. Poznamenajme, že hodnoty časových

derivácií teploty pri ohreve a ochladzovaní $\left(\frac{dT}{dt} \right)^h, \left(\frac{dT}{dt} \right)^c$ sa

vypočítavajú pre danú teplotu T_x tak, ako je to uvedené na obr. 6.9. Dual-slope metóda je ako každá relaxačná metóda citlivá na splnenie podmienky $\tau_2 \ll \tau_1$, pokiaľ nevhodným návrhom experimentálneho usporiadania dôjde k porušeniu tejto podmienky, dôjde pri experimente k deformácii ohrevných a ochladzovacích kriviek a následnému výraznému zväčšeniu experimentálnej chyby. Veľmi dôležitú úlohu zohráva aj presnosť kalibrácie použitého teplomera. Pre presnosť výpočtu hodnoty tepelnej kapacity je rozhodujúca presnosť

určenia $\left(\frac{dT}{dt}\right)^h, \left(\frac{dT}{dt}\right)^c$. Pokiaľ použijeme odporový teplomer, tak počas snímania ohrevnej resp. ochladzovacej krivky v skutočnosti meriame



Obr. 6.9 Časová závislosť teploty pri dual - slope metóde

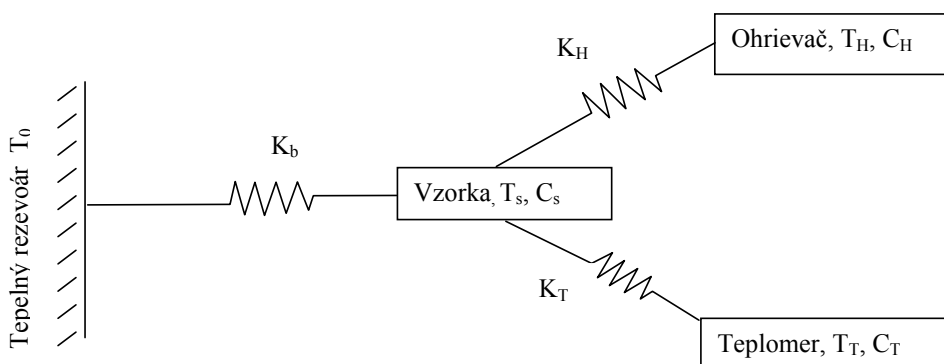
$\left(\frac{dR}{dt}\right)^h, \left(\frac{dR}{dt}\right)^c$. Pri prepočte časovej derivácie odporu na časovú deriváciu teploty musíme využiť odporovú deriváciu kalibračnej krivky

$$\left(\frac{dT}{dt}\right)^{h,c} = \left(\frac{dT}{dR}\right)\left(\frac{dR}{dt}\right)^{h,c}. \quad (6.20)$$

V uvedenom vzťahu je to práve odporová derivácia kalibračnej krivky teplomera, ktorá môže podstatne zvýšiť chybu určenia časovej derivácie teploty. K zvýšeniu chyby môže dôjsť pri nie dostatočne presnom fitovaní kalibračných dát kalibračnou formulou. Ukazuje sa, že v teplotnom intervale, v ktorom chceme použiť metódu dual - slope je nutné dodržať presnosť fitovania kalibračných bodov lepšiu ako 1 %.

Striedavá (AC) metóda merania tepelnej kapacity je jediná metóda, ktorá umožňuje merať tepelnú kapacitu pri konštantnej teplote v závislosti od vonkajšieho parametra, ktorým najčastejšie býva magnetické pole [62]. AC-metóda vychádza principiálne z rovnakej myšlienky i usporiadania ako teplotne relaxačná metóda. Rozdiel spočíva v spôsobe dodávania tepla do vzorky. Pri dosiaľ uvažovaných relaxačných metódach sme uvažovali dodávaný tepelný výkon konštantný v čase, kým AC-metóda využíva ohrev, kde odporový ohrievač je napájaný striedavým prúdom $I = I_0 \cdot \cos \frac{\omega}{2} t$. Uvažujme systém, ktorý pozostáva z ohrievača, teplomera a vzorky (obr. 6.10),

každý uvedený prvok zostavy má svoju teplotu $T_{0,T,S}$ a tepelnú kapacitu $C_{0,T,S}$.



Obr. 6. 10 Schéma zostavy pre meranie tepelnej kapacity relaxačnou metódou s uvedením tepelných kapacít a tepelných vodivostí jednotlivých častí zostavy

Ohrievač resp. teplomer sú k vzorke nalepené lepidlom s tepelnou vodivosťou K_H resp. K_T . Vzorka je spojená s tepelným rezervoárom - linkom s tepelnou vodivosťou K_b ako je vyznačené na obr. 6.10. Predpokladáme, že samotná vzorka, ohrievač a teplomer majú nekonečnú tepelnú vodivosť. Pre ohrevný výkon generovaný v ohrievači možno písať

$$P = R \cdot I^2 = R \left(I_0 \cdot \cos \frac{\omega}{2} \cdot t \right)^2 = R \cdot I_0^2 \cdot \left(\cos \frac{\omega}{2} \cdot t \right)^2 = P_0 \cdot \cos \left(\frac{\omega}{2} \cdot t \right)^2 \quad (6.21)$$

Časový vývoj teploty v jednotlivých častiach usporiadania popisujú nasledovná sústava diferenciálnych rovníc

$$C_H \left(\frac{dT}{dt} \right)_H = P_H = P_0 \left(\cos \frac{1}{2} \cdot \omega \cdot t \right)^2 - K_H (T_H - T_S) \quad (6.22a)$$

$$C_S \left(\frac{dT}{dt} \right)_S = P_S = K_H (T_H - T_S) - K_b (T_S - T_0) - K_T (T_S - T_T) \quad (6.22b)$$

$$C_T \left(\frac{dT}{dt} \right)_T = P_T = K_T (T_S - T_T), \quad (6.22c)$$

kde C_H je tepelná kapacita ohrievača, C_T je tepelná kapacita teplomera a C_S je tepelná kapacita vzorky. Riešením tejto sústavy sa získa vzťah pre časovú závislosť teploty teplomera T_T

$$T_T(t) = T_b + \frac{1}{2} P_0 \left\{ \frac{1}{K_b} + \frac{1-\delta}{\omega C} \cos(\omega t - \alpha) \right\}, \quad (6.23)$$

kde $C = C_s + C_T + C_H$ a δ je zložitou funkciou relaxačných časov $\tau_{INT} = \frac{C_S}{K_S}$, $\tau_T = \frac{C_T}{K_T}$, $\tau_H = \frac{C_H}{K_H}$. Dá sa ukázať, že v ustálenom stave amplitúda teplotných zmien vzorky môže byť pre vzorku s konečnou vodivosťou vyjadrená nasledovne

$$T_{AC} = \frac{P_0}{2\omega C} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_1^2} + \omega^2 \tau_2^2 + \frac{2K_b}{3K_S} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (6.24)$$

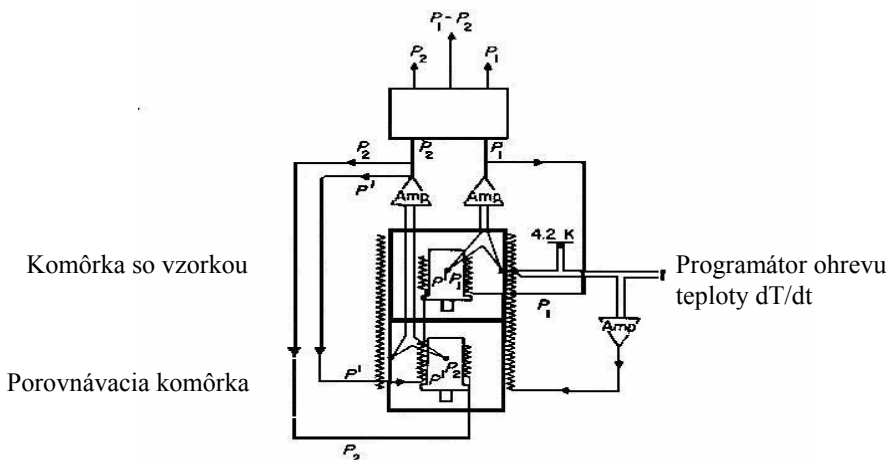
kde K_S je tepelná vodivosť vzorky, $\tau_1 = \frac{C}{K_b}$ je externý relaxačný čas, ktorý charakterizuje zmenu teploty celého systému o kapacite C a $\tau_2^2 = \tau_T^2 + \tau_H^2 + \tau_{INT}^2$. Ďalšie zjednodušenie môžeme doceliť vhodným návrhom experimentu a voľbou pracovnej frekvencie. Konkrétnejšie, s prihliadnutím na τ_2 , navrhujeme experimentálne usporiadanie tak, aby bola splnená nerovnosť $\frac{\omega \tau_1}{10} > 1 > 10 \omega \tau_2$, čo znamená, že perióda T_p odpovedajúca našej zvolenej pracovnej frekvencii ω spĺňa približne nerovnosť $T_p < \frac{\tau_1}{2}$ (t.j. tepelný výkon nestihne úplne odtiecť zo vzorky počas periódy T_p) a zároveň platí $T_p > 60 \tau_2$, čo je spoľahlivo postačujúca podmienka pre vytvorenie rovnovážneho stavu v systéme ohrievač - vzorka - teplomer. Pri splnení týchto požiadaviek môžeme členy $\frac{1}{\omega^2 \tau_1^2}$ a $\omega^2 \tau_2^2$ v rovnici (6.24) zanedbať voči jednotke. Navyše, ak vodivosť linku K_b zvolíme tak, aby bola oveľa menšia ako je vodivosť vzorky K_S , vzťah pre T_{AC} sa podstatne zjednoduší a prejde na tvar

$$T_{AC} \cong \frac{P_0}{2\omega C}. \quad (6.25)$$

Napriek komplikovanejšiemu odvodeniu dostávame jednoduchý výsledok, z ktorého je zrejmé, že na harmonické budenie striedavého prúdu privádzaného do ohrievača vzorka odpovedá taktiež

harmonicky, avšak na dvojnásobnej frekvencii a s amplitúdou, ktorá je nepriamo úmerná tepelnej kapacite. Vzhľadom k uvedenej vlastnosti ako aj k obvykle malým hodnotám amplitúdy teplotných oscilácií je pri AC metóde veľmi často používaný lock – in zosilňovač. Poznamenajme, že AC metóda je často používaná aj na štúdium tepelnej kapacity malých vzoriek, kde sa miesto klasického ohrievača používa bezkontaktný ohrev vzorky použitím prerušovaného laserového lúča.

Diferenciálna skanujúca kalorimetria. V literatúre existuje množstvo variácií diferenciálnej skanujúcej kalorimetrie (DSC), ktorých konkrétna realizácia závisí od požiadaviek daného experimentu [63]. Základ tejto metódy tvorí diferenciálny kalorimeter pozostávajúci z dvoch experimentálnych komôrok. Každá z nich obsahuje identický kalorimeter K v kombinácii (prázdny K , K + vzorka) alebo (K + známa látka, K + vzorka). Na obr. 6.11 je uvedené usporiadanie pre kombináciu (prázdny K , K + vzorka).



Obr. 6. 11 Schéma diferenciálneho skanujúceho kalorimetra

Obe komôrky sú obklopené valcovou nádobou, ktorej teplota narastá konštantnou rýchlosťou $T = a \cdot t + b$. Odtiaľ plynie $\frac{dT}{dt} = a = \text{konšt.}$, teda teplota valca rastie v čase lineárne. Valcová nádoba je vyrobená z materiálu, ktorý je dobre tepelne vodivý, zvyčajne je to meď. Korešpondenciu medzi teplotou valca T_0 a teplotou komôrok T_1 a T_2 zabezpečujú termočlánky (najčastejšie Au-Fe/chromel). Metóda požaduje, aby rozdiel teplôt medzi valcom a komôrkami bol rovný 0 ($T_1 \cong T_2 \cong T_0$). Každá z komôrok má dva ohrievače, taktiež aj medená nádoba (obr. 6.11). Výkon jedného z ohrievačov na každej komôrke

je rovnaký, a to P^* . Výkony P_1, P_2 z ďalších ohrievačov sú rozdielne a menia sa podľa požiadavky zachovať lineárny nárast teploty oboch komôrok. Ak predpokladáme, že vzorka je adiabaticky oddelená od okolia, zo vzťahu (6.1) pre tepelnú kapacitu vyplýva

$$P = C \cdot \frac{dT}{dt} \quad (6.25)$$

Vzhľadom na túto skutočnosť pre výkon do komôrky so vzorkou platí

$$(P_1 + P^*) = (C_{1K} + C_{VZ}) \frac{dT}{dt}, \quad (6.26a)$$

kde C_{1K} je tepelná kapacita kalorimetra a C_{VZ} je tepelná kapacita vzorky. Výkon do porovnávacjej bunky môže byť vyjadrený obdobným vzťahom

$$(P_2 + P^*) = C_{2K} \cdot \frac{dT}{dt} \quad (6.26b)$$

Ak predpokladáme, že $C_{1K} = C_{2K}$, potom pre rozdiel výkonov platí

$$P_1 - P_2 = C_{VZ} \cdot \frac{dT}{dt} = C_{VZ} \cdot a \quad (6.27)$$

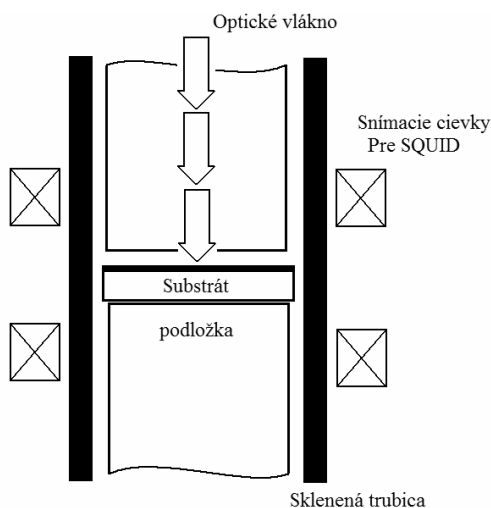
Rozdiel výkonov P_1 a P_2 je priamo úmerný tepelnej kapacite vzorky. Pri používaní tejto metódy je potrebné dodržať isté postupy. Napríklad ak $C_K \gg C_{VZ}$, potom $P_1 \approx P_2$ a vtedy aj malé chyby v hodnotách jednotlivých výkonoch vedú k veľkým chybám pri určovaní C_{VZ} . Ďalej, rýchlosť teplotného nárastu musí byť volená primerane tak, aby vzorka stačila tento teplotný nárast sledovať. Pokiaľ by bol relaxačný čas vzorky vztiahnutý k danej teplote porovnateľný s prevrátenou hodnotou vynúteného nárastu teploty, došlo by vo vzorke k porušeniu termodynamickej rovnováhy a následne k skresleniu teplotnej závislosti výkonu P_1 .

Bezkontaktná magnetokalorimetria. Doposiaľ diskutované metódy vychádzajú zo štandardného experimentálneho usporiadania, kedy je na skúmanú vzorku kontaktovaný teplomer a ohrievač. Uvedený prístup však môže byť problematický, pokiaľ skúmame vzorku malých rozmerov resp. vzorku s malou hodnotou tepelnej kapacity. Extrémnym príkladom načrtnutej situácie je štúdium tepelnej kapacity tenkých vzoriek, pozostávajúcich z niekoľkých vrstiev atómov nanosených na vhodnom substráte. Je zrejmé, že prilepenie akéhokoľvek bežne používaného teplomera, alebo ohrievača by znemožnila získanie relevantných dát, nakoľko tepelná kapacita

teplomera resp. ohrievača by bola podstatne väčšia ako tepelná kapacita vzorky. Bezkontaktná magnetokalorimetria je technika umožňujúca korektný experiment aj v tejto, na prvý pohľad pre experimentátora bezvýhodiskovej situácii. Základnou myšlienkou bezkontaktnej magnetokalorimetrie je úprava AC metódy s prevedením teplotných oscilácií na oscilácie v magnetizácii [64]. Ak uvážime zmenu magnetizácie vyvolanú vonkajším magnetickým poľom a teplotou, môžeme písať

$$\Delta m(\omega_1, \omega_2) = \frac{\partial m}{\partial H} \Delta H(\omega_1) + \frac{\partial m}{\partial T} \Delta T(\omega_2, T, C_V), \quad (6.28)$$

kde ω_1 a ω_2 sú frekvencie zmeny magnetického poľa a teploty. Pokiaľ bude systém v konštantnom magnetickom poli, možno prvý člen na pravej strane rovnice (6.28) zanedbať, potom bude zmena magnetizácie určená parciálnou deriváciou magnetizácie podľa teploty a zmenou teploty, ktorá je funkciou aj tepelnej kapacity skúmanej látky. Experimentálne usporiadanie, ktoré využíva rovnicu (6.28) načrtnutým spôsobom je uvedené na obr. 6.12. Pozostáva zo sklenenej trubky, v ktorej je umiestnené prerušené optické vlákno.



Obr. 6.12 Experimentálne usporiadanie pre bezkontaktnú magnetokalorimetriu

Na spodnej časti optického vlákna je uložený substrát so vzorkou nanosenou napr. napařovaním. Hornou časťou vlákna je k vzorke privádzaný prerušovaný laserový lúč, ktorý dopadá na povrch vzorky. Celé usporiadanie je uložené v konštantnom magnetickom poli,

navyššie substrát so vzorkou sa nachádzajú v snímacích cievkach SQUID magnetometra, ktorý je schopný zachytiť extrémne malé zmeny magnetizácie. Do priestoru v okolí vzorky je napustené plynné hélium, ktoré sprostredkováva definovaný tepelný kontakt medzi vzorkou so substrátom a stenou trubky, ktorá je termalizovaná na požadovanej teplote. Ak označíme hrúbku substrátu d_s , hĺbku prieniku pre tepelné vlny μ , hĺbku prieniku pre svetelné vlny a , potom pre korektné meranie musí byť zabezpečené splnenie podmienky

$$a \ll d_s \ll \mu. \quad (6.29)$$

Pri splnení uvedenej nerovnosti máme zaručené, že substrát je dostatočne hrubý pre svetelné vlny, takže celý výkon dodaný laserovým lúčom sa absorbuje v substráte. Na druhej strane je substrát dostatočne tenký pre tepelné vlny, takže nedochádza ku vzniku teplotných gradientov v substráte. Obdobnou úvahou ako pri AC metóde merania tepelnej kapacity môžeme dostať vzťah pre teplotné oscilácie

$$\Delta T(\omega) = \frac{1}{2K_H\sigma_H + K_S\sigma_S^2 d_s} \frac{I_0(\omega)}{2}, \quad (6.30)$$

kde $K_{H,S}$ predstavuje tepelnú vodivosť hélia resp. substrátu a parameter $\sigma_{H,S}$ je určený rovnicou

$$\sigma_{H,S} = (1+i) \sqrt{\frac{C_V \rho \omega}{2K_{H,S}}}. \quad (6.31)$$

v ktorej ρ označuje hustotu vzorky. Teplotné oscilácie sú fázovo posunuté oproti budiacemu signálu tvoreného laserovým lúčom, čo je matematicky vyjadrené konštantou $(1+i)$. Obvykle je $K_H \ll K_S$, takže pri vyšších frekvenciách dominuje druhý člen menovateľa na pravej strane rovnice (6.30). Spomenutú rovnicu môžeme potom zjednodušiť nasledovne

$$|\Delta T(\omega)| = \frac{1}{C_V \rho \omega d_s} \frac{I_0(\omega)}{2}. \quad (6.32)$$

Ak predpokladáme použitie nemagnetického substrátu, potom zmena magnetizácie s teplotou (viď. vzťah 6.28) bude vyvolaná iba zmenou magnetizácie vzorky s teplotou. Porovnaním rovníc (6.28) a (6.32) dostávame nasledovný vzťah, na ktorom je založená bezkontaktná magnetokalorimetria

$$|\Delta T(\omega)| = \frac{\Delta M_{\text{vz}}}{\frac{\partial M_{\text{vz}}}{\partial T}} = \frac{1}{C_V \rho \omega d_S} \frac{I_0(\omega)}{2}. \quad (6.33)$$

V rovnici (6.33) sme použili index vz na zvýraznenie faktu, že k celkovej meranej zmene magnetizácie prispeje iba vzorka, pokiaľ je umiestnená na nemagnetickom substráte. Veľkosť ΔM_S určíme priamo meraním zmien magnetizácie vzorky vyvolanej periodickým ohrevom pomocou prerušovaného laserového lúča. Veličinu $\frac{\partial M_{\text{vz}}}{\partial T}$

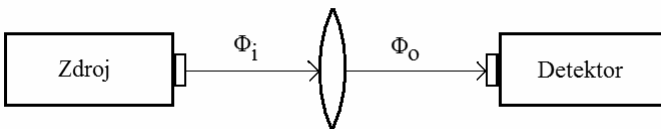
vypočítame z nameraných dát magnetizácie ako funkcie teploty pre rôzne hodnoty magnetických polí. Meranie magnetizácie je pre SQUID magnetometer štandardné meranie, obvykle je realizované ako prvé, aby sme videli v ktorej oblasti teplôt a magnetických polí môžeme očakávať anomálne správanie. Ak poznáme intenzitu I_0 dopadajúceho lúča, frekvenciu jeho prerušovania ω , hustotu vzorky ρ a hrúbku substrátu d_S , môžeme na základe vzťahu (6.33) vypočítať hodnotu tepelnej kapacity C_V skúmanej vzorky. V prípade, že uvedené parametre nepoznáme, je možné uvedenú metódu použiť pre monitorovanie anomálií v tepelnej kapacite a tak určiť napr. kritickú teplotu skúmaného systému.

6.3 Kalorimetrické určovanie koeficientu absorpcie optických prvkov

predstavuje netradičné využitie metód merania tepelnej kapacity [65]. Pod optickými prvkami rozumieme zrkadlá, alebo šošovky, ktoré sú najčastejšie používané v rôznych optických sústavách. Každé reálne zrkadlo, alebo šošovka pohltí malú časť dopadajúceho svetla. Ak označíme svetelný tok dopadajúceho svetla Φ_i a svetelný tok svetla, ktoré prešlo šošovkou Φ_o , potom koeficient absorpcie A môžeme písať v tvare

$$A = \frac{\Phi_i - \Phi_o}{\Phi_i} \cdot 100. \quad (6.34)$$

Hodnoty koeficientu absorpcie A sa pohybujú v rozmedzí 0.01 – 0.1 %. Uvážme usporiadanie podľa obr. 6.13, ktoré by mohlo byť použité

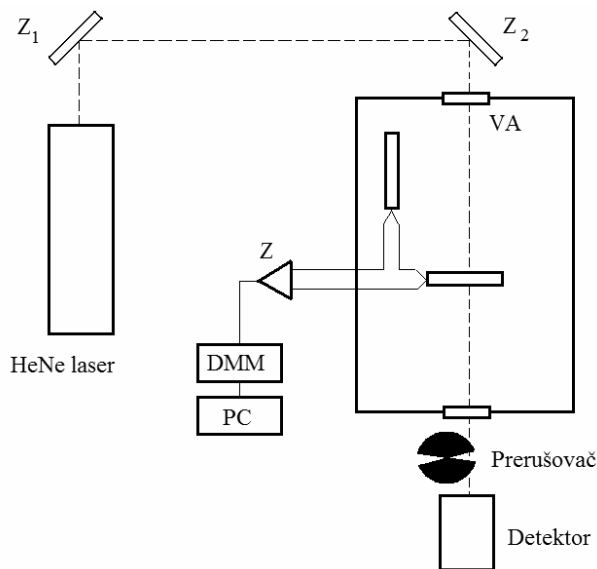


Obr. 6.13 Nevhodne navrhnutá zostava pre určenie koeficientu absorpcie šošovky

na priame meranie koeficientu absorpcie. Usporiadanie pozostáva zo svetelného zdroja SZ , meranej šošovky a detektora D . Na prvý pohľad sa zdá, že navrhnuté usporiadanie pre uvedenú úlohu vyhovuje. Ak však uvážime, že obvykle sme schopní určiť hodnoty svetelných tokov Φ_i a Φ_o , s presnosťou na 1 %, je zrejmé, že chyba určenia koeficientu absorpcie A priamo zo vzťahu (6.34) môže dosiahnuť niekoľko sto percent, čo nie je prijateľné. Kalorimetria ponúka alternatívny spôsob určenia koeficientu absorpcie A , ktorý je podstatne presnejší. Základná myšlienka spočíva vo využití metódy dual – slope pre vzorku, ktorej tepelnú kapacitu poznáme. Nechajme na skúmanú šošovku dopadať svetelný tok Φ_i a merajme ohrevanie šošovky, ktoré nastane vďaka absorpcii malej časti svetelného toku Φ_i . Následne prestaneme šošovku osvetľovať a zmeriame jej ochladzovanie na pôvodnú teplotu. Jednoduchou úpravou vzťahu (6.19) dostaneme

$$P_A = C_V \left(\left(\frac{dT}{dt} \right)^h - \left(\frac{dT}{dt} \right)^c \right). \quad (6.35)$$

Zo vzťahu (6.35) jednoducho vypočítame absorbovaný výkon P_A , kde $P_A = \Phi_i - \Phi_o$. Keďže chyba určenia tepelnej kapacity použitím dual - slope metódy je približne 5 %, možno očakávať rovnakú chybu určenia P_A zo vzťahu (6.35). Následne, ak je Φ_o určené s presnosťou na 1 %, chyba určenia koeficientu absorpcie A zo vzťahu (6.34) je približne 6 %, avšak z nameranej hodnoty koeficientu absorpcie A .



Obr. 6.14 Zostava pre kalorimetrické meranie koeficientu absorpcie šošovky

Príklad experimentálneho usporiadania pre realizáciu opísanej metódy je uvedený na obr. 6.14. Dopadajúci svetelný tok Φ_i je privádzaný napr. z HeNe lasera a je usmernený postupne dvojicou zrkadiel Z_1 a Z_2 a vstupnou apertúrou VA do experimentálnej komory. V nej je umiestnená skúmaná šošovka, ktorá je zohrievaná svetelným tokom a ďalšia šošovka mimo dosah svetelného lúča. Obvykle je ako teplotný snímač použitý termočlánok, ktorý meria teplotný rozdiel medzi oboma šošovkami. Napätie z termočlánku je po zosilnení zosilňovačom Z privádzané na voltmeter DMM a do riadiaceho počítača PC . Veľkosť svetelného toku, ktorý prešiel šošovkou, je meraná detektorom, pričom pre meranie je potrebné periodické prerušovanie svetelného toku.

6.4 Meranie tepelnej vodivosti

Tepelná vodivosť predstavuje obdobu elektrickej vodivosti, viskozite, difúzii, alebo tlmeniu zvuku. Tepelný tok prechádzajúci jednotkovou plochou je úmerný teplotnému rozdielu v materiáli. Všeobecne, v diferenciálnom tvare je možné tepelnú vodivosť zaviesť nasledovne [66]

$$H_i = \kappa_{ij} \frac{\partial T}{\partial x_j}, \quad i = 1, 2, 3 \quad (6.36)$$

kde κ_{ij} označuje tenzor tepelnej vodivosti, H_i a $\frac{\partial T}{\partial x_i}$ je hustota tepelného toku a teplotný gradient v i -tom smere. Pokiaľ je materiál izotropný, možno vzťah pre tepelnú vodivosť zjednodušiť do tvaru

$$\vec{H} = -\kappa \text{grad}T. \quad (6.37)$$

Teplo môže byť v látke prenášané kmitmi mriežky, vodivostnými elektrónmi, alebo aj cez interagujúce magnetické momenty. Tieto nosiče tepla sa obvykle nepohybujú v látke voľne od jedného konca skúmanej látky na druhý, ale interagujú, či už navzájom medzi sebou, alebo s prímiesami či defektmi v štruktúre a aj s hranicami zrn. Následne, môžeme pre výslednú tepelnú vodivosť písať

$$\kappa = \kappa_e + \kappa_f + \kappa_m, \quad (6.38)$$

κ_e , κ_f , κ_m označujú postupne elektrónový, mriežkový (fonónový) a magnetický príspevok k celkovej tepelnej vodivosti κ . Možno očakávať, že čím intenzívnejší bude daný rozptylový proces, tým menší bude príspevok príslušných nosičov k tepelnej vodivosti. Vskutku, za predpokladu, že platí pravidlo o aditívnosti rozptylových

mechanizmov, pre jednotlivé zložky tepelného odporu resp. prevrátenej hodnoty tepelnej vodivosti možno písať [67]

$$\frac{1}{\kappa_e} = w_e = w_e^h + w_e^p + w_e^e + w_e^f + w_e^m \quad (6.39a)$$

$$\frac{1}{\kappa_f} = w_f = w_f^h + w_f^p + w_f^e + w_f^f + w_f^m \quad (6.39b)$$

$$\frac{1}{\kappa_m} = w_m = w_m^h + w_m^p + w_m^e + w_m^f + w_m^m. \quad (6.39c)$$

pričom $w_b^a = w_a^b$, horný index v rovniciach (6.39a,b,c) označuje pravdepodobnosť rôznych typov rozptylových procesov, konkrétne h – rozptyl na hraniciach zrn, p – rozptyl na prímiesiach a poruchách e – rozptyl na elektrónoch, f – rozptyl na fonónoch, m – rozptyl na magnetickej sústave. Z rovníc (6.39a,b,c) je zrejmé, že separácia jednotlivých príspevkov k tepelnej vodivosti je značne obtiažnejšia ako pre tepelnú kapacitu a to nielen kvôli počtu rozptylových procesov. Ukazuje sa, že rôzne rozptylové procesy rôznych nosičov môžu vykazovať podobnú teplotnú závislosť, čo analýzu experimentálnych dát veľmi komplikuje. V prípade kovov môže situáciu zjednodušiť Wiedemann – Franzov zákon, ktorý dáva do súvisu tepelnú a elektrickú vodivosť. Uvažujme kov pri nízkych teplotách, kde sa elektróny budú rozptyľovať predovšetkým na prímiesiach a nie na kmitoch mriežky. Keďže koncentrácia prímiesí nezávisí od teploty, je aj stredná voľná dráha elektrónov λ_e teplotne nezávislá. Z tohto dôvodu sa aj elektrická vodivosť nebude meniť s teplotou. Pre vyjadrenie tepelnej vodivosti môžeme použiť vzťah z kinetickej teórie plynov

$$\kappa_e = \frac{1}{3} C_e v_F \lambda_e \quad (6.40)$$

v_F označuje tzv. Fermiho rýchlosť, súvisiacu z Fermiho energiou elektrónov. Keďže podľa (6.10) je tepelná kapacita lineárnou funkciou teploty, na základe vzťahu (6.40) možno očakávať, že aj elektrónová tepelná vodivosť bude mať rovnakú teplotnú závislosť. Nakoľko sa λ_e vyskytuje aj vo vzťahu pre elektrickú vodivosť σ_e , je možné dať obe vodivosti do súvisu vo forme Wiedemann – Franzovho zákona [67]

$$\frac{\kappa_e}{\sigma_e} = L_0 T \quad (6.41)$$

konštanta $L_0 = \frac{\pi^3}{3} \left(\frac{k_B}{e} \right)^2$ sa nazýva Lorentzovo číslo. Poznamenajme,

že z experimentov realizovaných na niektorých kovoch ako titán, vanád vychádza vyššia hodnota pomeru tepelnej a elektrickej vodivosti než je Lorentzovo číslo, čo je dané nezanedbateľným príspevkom fonónov k meranej vodivosti v teplotnej oblasti, kde je elektrická vodivosť určená práve rozptylom elektrónov na prímiesiach.

K elektrónovej zložke tepelnej vodivosti prispieva aj rozptyl elektrónov na fonónoch. Pre odhad vplyvu tohto rozptylu opäť použijeme kinetickú teóriu plynov

$$(w_e^f)^{-1} = \kappa_e^f = \frac{1}{3} C_e v_F \lambda_e^f, \quad (6.42)$$

kde λ_e^f predstavuje strednú voľnú dráhu pre rozptyl elektrónov na fonónoch, o ktorej sa dá ukázať, že $\lambda_e^f \approx T^{-3}$. Následne, pre príspevok k tepelnej vodivosti κ_e^f pochádzajúci od rozptylu elektrónov na fonónoch môžeme písať, $\kappa_e^f \approx T^{-2}$. Ak budeme uvažovať rozptyl elektrónov na elektrónoch, môžeme využiť fakt, že v teplotnej oblasti, kde je tento druh rozptylu dominantný, je elektrický odpor úmerný druhej mocnine teploty. Pre tepelnú vodivosť prislúchajúcu tomuto mechanizmu môžeme na základe Wiedemann – Franzovho zákona (6.41) očakávať závislosť $\kappa_e^e \approx T^{-1}$. Ak sa v materiáli nachádzajú aj magnetické momenty, budú sa elektróny rozptyľovať aj na nich. Pre teploty oveľa menšie ako je kritická teplota prechodu do magneticky usporiadaného stavu bude dominovať rozptyl elektrónov na spinových vlnách, pre ktorého pravdepodobnosť platí, $w_e^m \approx T$. Pri zvýšení teploty na hodnotu blízkej kritickej teplote bude rozhodujúci rozptyl elektrónov na jednotlivých magnetických momentoch prispievajúci k tepelnému odporu ako $w_e^m \approx \left(M \frac{\partial M}{\partial T} \right)^{-1} \frac{T^{-2}}{\sigma_e}$.

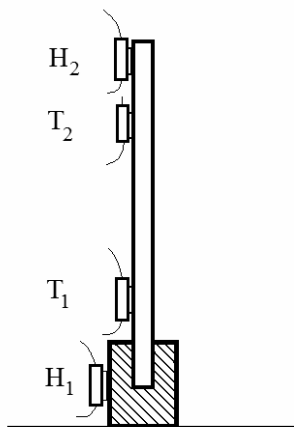
Vytvorenie teplotného gradientu naruší aj mriežkový podsystem. Interakcie v ňom prebiehajúce sa budú snažiť obnoviť pôvodný rovnovážny stav. Pri trvalom udržiavaní teplotného gradientu vznikne ustálený nerovnovážny stav, v ktorom aj fonóny budú prispievať k prenosu tepla. V krátkosti uvedme vzťahy pre príspevky k tepelnému odporu jednotlivých druhov rozptylu fonónov. Konkrétnejšie, rozptyl fonónov na elektrónoch vedie k $w_f^e \approx T^{-2}$, rozptyl fonónov na hraniciach vzorky k $w_f^h \approx T^{-3}$, zatiaľ čo rozptyl na prímiesiach dáva závislosť $w_f^p \approx T^{3/2}$. Pri vyšších teplotách hrá nezanedbateľnú úlohu aj rozptyl fonónov na fonónoch, pričom $w_f^f \approx T$.

Prítomnosť magnetického podsystemu v skúmanej látke môže netriviálne ovplyvniť jej tepelnú vodivosť. Na jednej strane, existencia

magnetických momentov predstavuje dodatočné rozptylové centrá pre nosiče tepla, takže by sa mohlo očakávať zníženie celkovej tepelnej vodivosti. Avšak magnetické excitácie (napr. spinové vlny), ktoré sa v látke môžu sformovať, môžu predstavovať ďalší kanál prenosu tepla, ktorý zvýši tepelnú vodivosť danej látky. Nie je možné jednoznačne povedať, ktorý z uvedených scenárov nastane, výsledný príspevok magnetického podsystemu k tepelnému odporu závisí od konkrétnej látky a experimentálnych podmienok. Jednotlivé mechanizmy pre rozptyl magnetických excitácií na nich samotných, na fonónoch a elektrónoch vedú k teplotným závislostiam $w_m^m \approx T^n$, kde $n = 1.5 - 2$, $w_m^f \approx T^{-2}$, $w_m^e \approx T^{-n}$, $n = 1.5 - 2$.

Na základe uvedenej by malo byť zrejmé, že separácia jednotlivých príspevkov k tepelnému odporu je podstatne zložitejšia ako separácia príspevkov k tepelnej kapacite. V niektorých situáciách je možné situáciu výrazne zjednodušiť. Napríklad, ak použijeme vzorku vo forme kvalitného monokryštálu, výrazne potlačíme vplyv rozptylu nosičov tepla na hraniciach zŕn a na poruchách. Ak budeme pracovať s kovmi s jednoduchou pásovou štruktúrou, príspevok k tepelnému odporu spôsobený rozptylom fonónoch na fonónoch resp. elektrónoch je možné teoreticky vypočítať. Konštanty potrebné pre výpočet sa získajú z RTG záznamu a meraní rýchlosti zvuku. Ak kov, s ktorým pracujeme je nemagnetický, môžeme pre určenie príspevku fonónoch k tepelnému odporu pri nízkych teplotách použiť Wiedemann – Franzov zákon (6.41). V supravodivých materiáloch, opäť pri nízkych teplotách kedy je látka v supravodivom stave, nám vymizne príspevok od elektrónoch. Pre štúdium vplyvu magnetickej sústavy na rozptylové procesy je niekedy výhodné použiť magnetické pole, ktoré zmení napr. počet magnetických excitácií, alebo vytvorí nový stav magnetického podsystemu.

Najjednoduchšou metódou merania tepelnej vodivosti je tzv. stacionárna metóda, ktorá vychádza priamo z definície tepelnej



Obr. 6.15 Schéma usporiadania pre meranie tepelnej vodivosti

vodivosti. Experimentálne usporiadanie pre stacionárnu metódu je schematicky znázornené na obr. 6.15. Vzorka tvaru tenkého valčeka s plochou podstavy S je mechanicky a tepelne spojená s tepelným rezervoárom. Na držiaku je umiestnený odporový ohrievač H_1 . Na vzorke sa v definovanej vzdialenosti l nachádza dvojica teplomerov T_1 a T_2 . Na konci vzorky, ktorý nie je upevnený k tepelnému rezervoáru, je umiestnený ďalší ohrievač H_2 . Experimentálny priestor okolo vzorky je odčerpaný na nízky tlak, aby sa potlačil prenos tepla cez plyn obklopujúci vzorku. Teplota na teplomeri T_1 je stabilizovaná regulátorom teploty pomocou ohrievača H_1 . V ideálnej situácii, keď vo vzorke nebude žiadny teplotný gradient, budú teplomery T_1 a T_2 ukazovať rovnaký údaj o teplote vzorky. Po zakúrení do ohrievača H_2 výkonom $P_{H2} = U_{H2}I_{H2}$, kde U_{H2} resp. I_{H2} je napätie na ohrievači H_2 resp. prúd, ktorý ním tečie, sa medzi teplomeri T_1 a T_2 vytvorí teplotný rozdiel, ktorý s tepelnou vodivosťou súvisí nasledovne [68]

$$\kappa(T_x) = \frac{P_{H2}l}{S(T_2 - T_1)}. \quad (6.43)$$

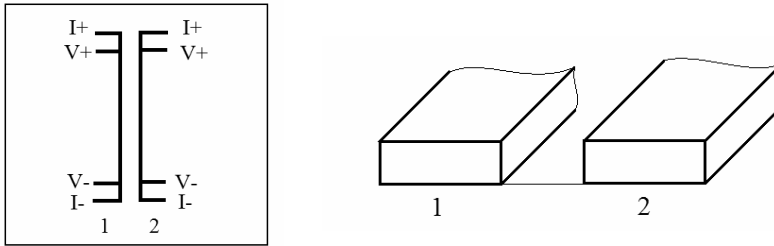
Teplota T_x predstavuje aritmetický priemer teplôt teplomerov T_1 a T_2 . V reálnom experimente bude existovať parazitný prítok (alebo odvod) tepla do (zo) vzorky, takže sa v nej vytvorí teplotný gradient aj bez zakúrenia do ohrievača H_2 . Ak uvedená situácia nastane, je potrebné skorigovať výpočet pre teplotu, ku ktorej je vzťahovaná hodnota tepelnej vodivosti. Modifikovaný vzťah pre teplotu T_x má tvar [68]

$$T_x = \frac{(T_2 + T_2' + 2T_1)}{4}, \quad (6.44)$$

kde T_2 a T_2' predstavujú teploty pred a po zakúrení do ohrievača H_2 . Uvedená metóda je principiálne veľmi jednoduchá, dosahovaná presnosť je obvykle 3 % - 7 %. Hlavnými mechanizmami, prispievajúcimi k celkovej chybe merania sú radiačné straty (0.1 %), vedenie tepla zvyškovým plynom (2 - 4 %), vedenie tepla po prírodných vodičoch (0.3 %), chyba určenia teplotného rozdielu (1.5 %), chyba určenia geometrických rozmerov (0.8 - 2 %).

V súčasnosti existuje mnoho variácií stacionárnej metódy, ktoré sa využívajú v najrôznejších situáciách. Pre ilustráciu uveďme metódu merania tepelného odporu rozhrania medzi substrátom a tenkou vrstvou vodiča. Poznať veľkosť tepelného odporu rozhrania spomenutého typu má zásadný význam napr. v mikroelektronike, alebo v prostredí s obmedzenými možnosťami chladenia pomocou prúdiaceho vzduchu. Takáto situácia nastáva napr. v prístrojoch nachádzajúcich sa v satelitoch na obežnej dráhe okolo Zeme. Schéma príslušného experimentálneho usporiadania je znázornená na obr. 6.16a,b. Pozostáva z dvojice vodivých pásov (obr. 6.16a) s kontaktami na uchytenie prúdových a napäťových vodičov (obr.

6.16b). Hrúbka každého pásika je rádovo mikrometre. Pri meraní tepelného odporu rozhrania prvý pásik využijeme ako teplomer a ohrievač súčasne, druhý pásik bude použitý ako teplomer. Do prvého pásika zakúrime ohrevným prúdom I_{ohr} , ktorý vygeneruje ohrevný výkon $P = I_{ohr}^2 R$, kde R je odpor pásika. Keďže ide o vodivý pásik, bude veľkosť odporu R určená teplotou, na akú sa pásik



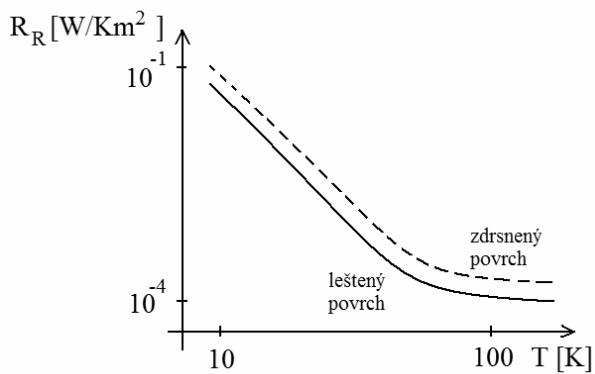
Obr. 6.16 Usporiadanie pre meranie tepelného odporu rozhrania medzi substrátom a tenkou vrstvou vodiča a) pohľad zhora, b) detailný pohľad na dvojicu vodivých pásikov

vyhreje. Ak poznáme vzťah medzi teplotou pásika a veľkosťou ohmického odporu, môžeme vypočítať teplotu, na ktorú sa pásik vyhrial. Do druhého pásika privedieme prúd I_{mer} , kde $I_{mer} \ll I_{ohr}$, takže druhý pásik nebude prehrievaný a jeho teplota bude veľmi blízka teplote substrátu. Ak zmeriame rozdiel teplôt oboch pásikov ΔT , môžeme tepelný odpor rozhrania určiť nasledovne

$$R_r = \frac{\Delta T}{P/A}, \quad (6.45)$$

kde A označuje plochu pásika.

Na obr. 6.17 je pre ilustráciu načrtnutá teplotná závislosť tepelného odporu rozhrania pre FeNi pásik na podložke z amorfného SiO_2 . Je zrejmé, že tepelný odpor s klesajúcou teplotou výrazne narastá, pričom svoju úlohu zohráva aj povrchová úprava podložky.



Obr. 6.17 Teplotná závislosť tepelného odporu rozhrania medzi substrátom a tenkou vrstvou pre leštený a zdrsnený povrch substrátu

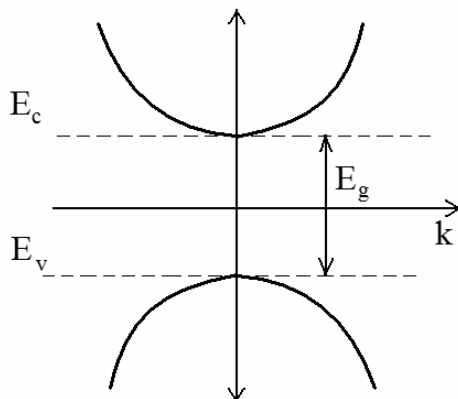
7. Štúdium materiálových charakteristík polovodičov

7.1 Fyzikálne vlastnosti polovodičových materiálov

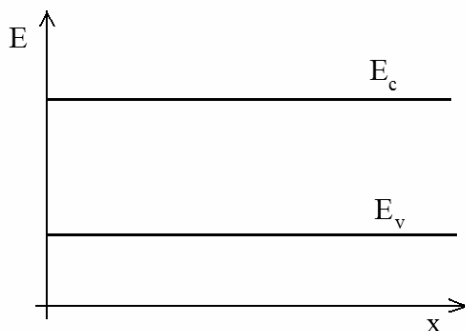
Polovodiče sú látky s význačnými fyzikálnymi vlastnosťami a aplikačným potenciálom predovšetkým v mikroelektronike. Medzi najdôležitejšie vlastnosti polovodičov, ktoré určujú ich praktické využitie, je ich závislosť elektrickej vodivosti od elektrického, magnetického poľa, teploty, osvetlenia ako aj ovplyvnenie týchto závislostí zmenou charakteristických parametrov polovodiča napr. šírky zakázaného pásu, zmeny polohy hladín prímiesí, koncentrácie prímiesí, atď. Predstavy o prenose náboja v polovodiči sú založené na pásovom modeli kondenzovanej látky. Podľa tejto teórie sa elektróny môžu nachádzať iba v určitých energetických stavoch, obdobne ako je tomu v prípade izolovaného atómu. V pásovom modeli odpovedá sústave energetických hladín v izolovanom atóme sústava energetických pásov. V každom energetickom páse je taký počet energetických úrovní aký je počet atómov v kryštáli, pričom šírka energetického pásu je určená príslušnými kvantovými číslami charakterizujúcimi stav izolovaného atómu. Najjednoduchší pásový model používaný pre polovodičové materiály je tzv. štandardný model polovodiča predpokladajúci existenciu valenčného a vodivostného pásu [69]. Pri teplote absolútnej nuly je valenčný pás úplne zaplnený a vodivostný pás je prázdny. So zvyšovaním teploty môžu elektróny z valenčného pásu prijímať energiu od fonónov a prechádzať do vodivostného pásu. Šírka zakázaného pásu E_g sa pohybuje od hodnôt veľmi malých ($\ll 1$ eV pre polovodiče) až do 3 eV pre izolanty. Štandardný model polovodiča predpokladá, že oba pásy majú nedegenerované extrémy v strede Brillouinovej zóny s parabolickou závislosťou energie E od vlnového vektora k

$$E(k) = E_c + \frac{\hbar^2 k^2}{2m_n^*} \qquad E(k) = E_v - \frac{\hbar^2 k^2}{2m_p^*}, \qquad (7.1a,b)$$

kde E_c a E_v označujú energie dna resp. vrchu vodivostného resp. valenčného pásu, m_n^* a m_p^* predstavujú efektívne hmotnosti elektrónov a dier. Energetický diagram štandardného modelu polovodiča je uvedený na obr. 7.1. Pri analýze vlastností polovodičov sa často využíva miesto závislosti E od k , závislosť E od polohy x v kryštáli (obr. 7.2), kde os x je stotožnená so zvoleným smerom v kryštáli. V ďalšom uvažujeme vlastnosti valenčných (vlastných) polovodičov, ktorých najrozšírenejší predstavitelia sú prvky Ge a Si. Oba prvky patria do 4. skupiny periodickej sústavy prvkov, ich štruktúru možno charakterizovať plošne centrovanou kubickou mriežkou s bázou tvorenou dvoma atómami. Elektrónové konfigurácie sú nasledovné : Ge $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^{10}, 4s^2, 4p^2$ a pre Si



Obr. 7.1 Závislosť energie od k pre vodivostný a valenčný pás

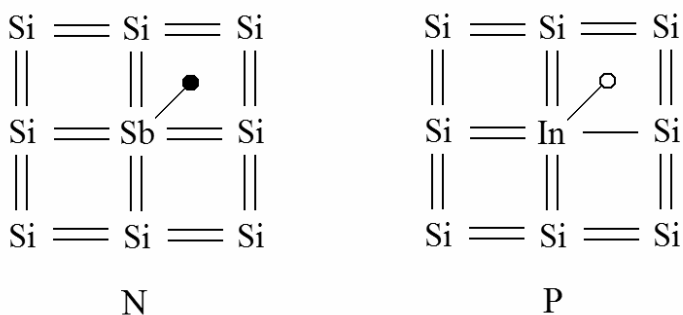


Obr. 7.2 Zjednodušená schéma energetických hladín pre elektróny

$1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^2$. V kryštáli dôjde u oboch prvkov k hybridizácii orbitálov a následne k zmene elektrónovej konfigurácie na $4s^1$ a $4p^3$ pre Ge a $3s^1$ a $3p^3$ pre Si, čím vznikajú štyri ekvivalentné chemické väzby. Väzby sú kovalentné, každý atóm prispieva k väzbe jedným elektrónom, pričom oba elektróny sú zdieľané oboma atómami, ktoré sa na vytvorení väzby zúčastňujú. V kovalentnej väzbe sú elektróny k atómom silne viazané, na ich uvoľnenie a teda na prechod do vodivostného pásu je potrebná značná energia. V pásovom modeli táto energia odpovedá šírke zakázaného pásu. Následne, pri veľmi nízkych teplotách sa bude valenčný polovodič chovať ako izolant, pretože tepelná energia nebude stačiť na narušenie kovalentných väzieb a preto pri nulovej teplote budú plne obsadené všetky stavy vo valenčnom páse a nebude obsadený žiadny stav vo vodivostnom páse. K uvoľňovaniu elektrónov z valenčného pásu bude dochádzať postupne pri zvyšovaní teploty. Na uvoľňovanie elektrónov

z valenčného pásu môžeme nazerať ako na obsadzovanie valenčného pásu dierami. Poznamenajme, že rôzna sila kovalentnej väzby v Ge a Si súvisiaca s rôznymi vzdialenosťami medzi atómami v príslušných štruktúrach je zodpovedná za rozdiely v ďalších fyzikálnych veličinách ako je Debyeova teplota, či teplota topenia [70].

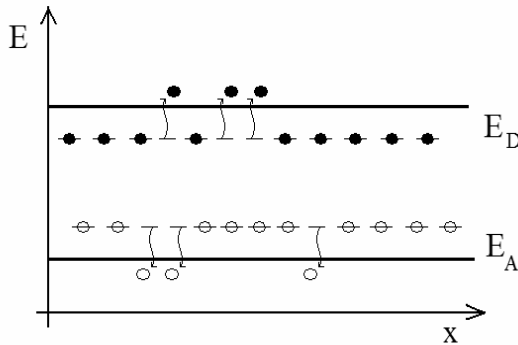
Hustota voľných elektrónov a dier je v polovodiči výrazne ovplyvnená prítomnosťou porúch. Vo valenčných polovodičoch sa tieto poruchy vytvárajú cielene zabudovaním prímiesí do štruktúry polovodiča. Ukazuje sa, že ak sú do štruktúry polovodiča zabudované prvky z 3. alebo 5. skupiny periodickej sústavy prvkov, tieto prvky budú predstavovať substitučné poruchy. Na obr.7.3a je schematicky uvedené zabudovanie päťmocného Sb resp. trojmocného In do štruktúry Si. Päťmocný Sb má päť valenčných



Obr. 7.3 Znáznornenie poruchy tvorenej a) päťmocným b) trojmocným atómom

elektrónov, z ktorých štyri sa podieľajú na vytvorení kovalentných väzieb so susednými atómami Si. Piaty elektrón nevytvára žiadnu väzbu a je k atómu Sb viazaný iba slabou, takže stačí malá energia na jeho uvoľnenie a umožnenie jeho pohybu v kryštalickej mriežke. Následne, energetické stavy vytvorené prvkami 5 skupiny, tzv. donormi, musia ležať tesne pod dnom vodivostného pásu. Ak budeme uvažovať zavedenie trojmocného In do štruktúry Si, dôjde k situácii, že jeden elektrón bude chýbať k vytvoreniu štvrtej väzby medzi susednými atómami, vid' obr. 7.3b. Jedna väzba ostane neúplná, jej doplnenie môže nastať v dôsledku tepelných excitácií, kedy sa poruší väzba v blízkosti trojmocného atómu a uvoľnený elektrón zaplní väzbu pri trojmocnom atóme. Doplnením väzby sa z trojmocného atómu stane záporne nabitý ión a neúplná väzba sa presunie na iné miesto v mriežke. Keďže na ionizáciu trojmocného atómu je potrebná oveľa menšia energia ako je šírka zakázaného pásu, budú hladiny vytvorené trojmocnými atómami, tzv. akceptormi, umiestnené tesne nad vrchom valenčného pásu. Energetický diagram polovodiča obsahujúceho donorové aj akceptorové stavy je uvedený na obr. 7.4, kde E_D je hodnota energetického rozdielu medzi

donorovými stavmi a dnom vodivostného pásu a E_A predstavuje energetický rozdiel medzi akceptorovými stavmi a



Obr. 7.4 Schéma hladín s donorovými a akceptorovými stavmi

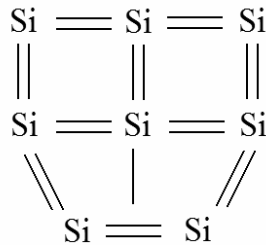
vrchom valenčného pásu [71]. Keďže koncentrácie poruchových atómov sú obvykle nízke, nedochádza k prekryvu ich vlnových funkcií, takže príslušné stavy sú lokalizované, čo je na obr. 7.4 znázornené čiarkovanou čiarou.

Ak máme polovodič s jedným typom porúch, napr. s donormi, hovoríme o polovodiči typu N, keďže v ňom je transport náboja sprostredkovaný elektrónmi. Pokiaľ sa v polovodiči nachádzajú iba diery, hovoríme o polovodiči typu P. Pre polovodič, ktorý obsahuje oba typy porúch, môžu nastať dva prípady. Pokiaľ je koncentrácia N_D donorových stavov väčšia ako koncentrácia N_A akceptorových stavov, prejde časť elektrónov z donorových stavov na energetické hladiny akceptorových stavov. Donory, ktoré takto stratili elektrón, už nemôžu poskytnúť voľné nosiče náboja. Podobne akceptory, ktoré elektrón prijali, už nemôžu prijímať ďalšie elektróny z valenčného pásu. V tejto situácii je to iba koncentrácia N_D^x neutrálnych donorov, $N_D^x = N_D - N_A$, ktorá pri nízkych teplotách ($k_B T \ll E_g$) ovplyvňuje transport náboja v polovodiči. Keďže však je $n > p$, kde n a p je celková koncentrácia elektrónov a dier, stále máme polovodič typu N, aj keď vďaka prítomnosti akceptorových hladín je vplyv donorov oslabený. Uvedený typ polovodiča sa nazýva kompenzovaný polovodič. Obdobne by bolo možné diskutovať situáciu pre kompenzovaný polovodič typu P, kedy je $N_A > N_D$.

Dosiaľ uvažované prvky z 3. resp. 5. skupiny vytvárajú v polovodiči tzv. plytké hladiny, kedy platí $E_D \ll E_g$, resp. $E_A \ll E_g$. Ukazuje sa, že prvky z ostatných skupín môžu v polovodiči vytvárať aj hlboké hladiny nachádzajúce sa približne v strede zakázaného pásu. Zabudovanie niektorých prvkov do štruktúry polovodiča môže spôsobiť vznik prímiesových stavov aj v dovolených pásoch,

valenčnom či vodivostnom. Týmito situáciami sa však nebudeme zaoberať.

Transportné vlastnosti polovodičov sú ovplyvnené aj vakanciami, či dislokáciami, ktoré ovplyvňujú usporiadanie väzieb [72]. Na obr. 7.5. je schematicky uvedené usporiadanie väzieb v okolí dislokácie v štruktúre Si, kde vďaka dislokácii vzniká jedna nenасыtená väzba.



Obr. 7.5 Schéma väzieb v okolí dislokácie

Uvedená väzba sa chová ako akceptorová hladina, keďže má tendenciu prijímať elektróny zo svojho okolia, obdobne ako je tomu v prípade zabudovania substitučnej poruchy použitím prvku z 3. skupiny periodickej sústavy prvkov. Vznik akceptorových hladín spôsobených dislokáciami vysvetľuje experimentálne pozorované zníženie elektrickej vodivosti polovodičov typu N, ktoré boli vystavené mechanickým deformáciám. Následkom deformácie sa z polovodiča typu N s jedným typom nosičov stane kompenzovaný polovodič typu N, kde, ako sme spomenuli vyššie, vplyv donorov bude potlačený.

7.2 Koncentrácia nosičov prúdu v polovodičoch

Koncentráciu elektrónov vo vodivostnom páse určíme s použitím Fermi-Diracovej štatistiky, jej rozdeľovacia funkcia (vzťah 5.7) obsahuje jediný parameter a tým je Fermiho energia ϵ_F . Vzniká otázka, aká je poloha Fermiho energie v polovodičových materiáloch. Uvažujme najskôr najjednoduchší prípad a tým je izolant. Pri teplote absolútnej nuly bude vodivostný pás izolantu úplne prázdny a valenčný pás úplne zaplnený. Pri zvyšovaní teploty budú elektróny prechádzať z valenčného do vodivostného pásu. Ak označíme počet možných energetických stavov vo valenčnom a vodivostnom páse P_V , potom pre počet elektrónov n_{vod} vybudovaných do vodivostného pásu bude platiť

$$n_{vod} = \frac{P_V}{1 + \exp\left(\frac{E_C - \epsilon_F}{k_B T}\right)}. \quad (7.2a)$$

Rovnakým spôsobom vyjadríme koncentráciu n_{val} elektrónov vo valenčnom páse

$$n_{val} = \frac{P_V}{1 + \exp\left(\frac{E_V - \varepsilon_F}{k_B T}\right)}, \quad (7.2b)$$

keďže v izolante nie sú žiadne ďalšie stavy, musia všetky elektróny, ktoré opustili valenčný pás prejsť do vodivostného pásu, takže pre celkový počet elektrónov v oboch pásoch možno písať

$$n_{vod} + n_{val} = P_V. \quad (7.3)$$

Po dosadení (7.2a) a (7.2b) do (7.3) a jednoduchej úprave dostávame

$$\varepsilon_F = \frac{E_V + E_C}{2}. \quad (7.4)$$

Vidíme, že v prípade izolantu je Fermiho energia umiestnená presne v strede zakázaného pásu. Pre vlastný polovodič, kedy elektróny majú dostatok energie k prechodu z valenčného do vodivostného pásu, je pri nízkych teplotách Fermiho energia funkciou teploty, šírky zakázaného pásu a efektívnej hmotnosti m_n^* elektrónov a m_p^* dier

$$E_F = \frac{E_V + E_C}{2} + \frac{3}{4} k_B T \ln \frac{m_p^*}{m_n^*}. \quad (7.5)$$

V prípade vlastného polovodiča znamená prechod elektrónu z valenčného do vodivostného pásu súčasne vytvorenie diery vo valenčnom páse, takže koncentrácie oboch typov nosičov budú rovnaké, $n_i \approx p_i$. Dá sa ukázať, že pokiaľ je Fermiho energia dostatočne vzdialená od spodného okraja vodivostného pásu, kedy bude platiť $(E - E_F) \gg k_B T$, bude koncentrácia elektrónov daná vzťahom [73]

$$n_i = N_C \exp\left(\frac{E_F - E_C}{k_B T}\right), \text{ kde } N_C = 2 \left(\frac{2\pi m_n^* k_B T}{h^2}\right)^{\frac{3}{2}}. \quad (7.6a, 7.6b)$$

Veličina N_C predstavuje tzv. efektívnu hustotu stavov, pre veľmi vysoké teploty sú obsadené všetky stavy vo vodivostnom páse a $n_i \rightarrow N_C$. Pre koncentráciu dier budú platiť obdobné vzťahy

$$p_i = N_V \exp \frac{-E_F + E_V}{k_B T}, \text{ kde } N_V = 2 \left(\frac{2\pi m_p^* k_B T}{h^2} \right)^{\frac{3}{2}}. \quad (7.7a, 7.7b)$$

Kombináciou vzťahov (7.5) až (7.7b) získame výsledný vzťah pre koncentráciu vlastných elektrónov a vlastných dier

$$n_i = p_i = 2 \left(\frac{2\pi k_B T}{h^2} \right)^{\frac{3}{2}} (m_n^* m_p^*)^{\frac{3}{4}} \exp \left(\frac{-E_G}{2k_B T} \right). \quad (7.8)$$

Ak budeme uvažovať prímesový polovodič s elektrónovou vodivosťou, (polovodič typu N) tento bude obsahovať koncentráciu voľných elektrónov, ktorá bude prevažovať nad koncentráciou voľných dier $n > p$. V opačnom prípade (polovodič typu P) bude $n < p$. Vzťahy (7.6) a (7.7) majú všeobecnú platnosť, takže aj pre prímesový polovodič je možné písať

$$n = N_C \exp \frac{E_F - E_C}{k_B T} \text{ resp. } p = N_V \exp \frac{-E_F + E_V}{k_B T}. \quad (7.9)$$

Následne je

$$np = N_C \exp \left(\frac{E_F - E_C}{k_B T} \right) N_V \exp \left(\frac{-E_F + E_V}{k_B T} \right) = N_C N_V \exp \left(\frac{E_V - E_C}{k_B T} \right) = N_C N_V \exp \frac{-E_G}{k_B T} \quad (7.10)$$

Využitím vzťahov (7.7a,b) je ľahké ukázať, že v prímesovom polovodiči je $np = n_i^2$, pričom n_i je pre danú teplotu konštantné [71]. Ak teda dôjde k nárastu koncentrácie elektrónov nad intrinzickú hodnotu n_i , musí dôjsť k odpovedajúcemu poklesu koncentrácie dier a opačne.

Pre prímesový polovodič typu N s koncentráciou donorov N_D , ich energiou E_D a koncentráciou akceptorov N_A v teplotnej oblasti, kde je možné zanedbať koncentráciu dier vo valenčnom páse, je možné uviesť všeobecný vzťah dávajúci do súvisu koncentráciu elektrónov, akceptorov, donorov a ich energiu

$$\frac{n(N_A + n)}{(N_D - N_A - n)} = \frac{N_C}{2} \exp \frac{-E_D}{k_B T}. \quad (7.11)$$

Uvedený výraz je pomerne komplikovaný, je možné ho však zjednodušiť porovnaním koncentrácií elektrónov, donorov a akceptorov v rôznych teplotných oblastiach. Pri najnižších teplotách

($k_B T \ll E_D$) bude vybudených iba veľmi málo donorov, možno preto predpokladať, že $n \ll N_D - N_A$ a súčasne $n \ll N_A$. Pre koncentráciu elektrónov pri najnižších teplotách možno vzťah (7.11) upraviť nasledovne

$$n = \frac{N_D - N_A}{N_A} \frac{N_C}{2} \exp \frac{-E_D}{k_B T}. \quad (7.12)$$

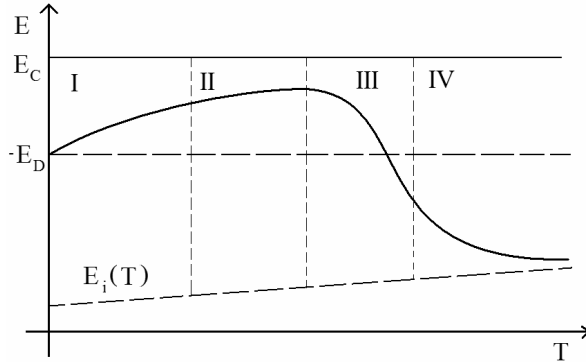
Pri postupnom zvyšovaní teploty sa bude koncentrácia elektrónov zvyšovať vďaka tepelnej ionizácii donorov. V teplotnej oblasti kde bude platiť $n \ll N_D - N_A$, ale pritom $n \gg N_A$, bude vzťah (7.11) možné zjednodušiť takto

$$n = \left(\frac{N_D - N_A}{2} N_C \right)^{\frac{1}{2}} \exp \frac{-E_D}{k_B T}. \quad (7.13)$$

Poznamenajme, že uvedená oblasť nemusí vôbec existovať, táto situácia nastane v silne kompenzovanom polovodiči, kde $N_D \approx N_A$. Pri vyšších teplotách ($k_B T \gg E_D$) dôjde k úplnej ionizácii donorov, takže bude platiť [73]

$$n = N_D - N_A. \quad (7.14)$$

Ak položíme nulovú hodnotu energie do spodného okraja vodivostného pásu ($E_C = 0$), potom platí $E_V = -E_G$ a následne kombináciou vzťahov (7.9) a (7.12) až (7.14) je možné jednoduchšie určiť teplotnú závislosť Fermiho energie v jednotlivých teplotných intervaloch. Teplotná závislosť Fermiho energie pre slabo kompenzovaný polovodič je znázornená na obr. 7.6. Rôzny typ teplotnej závislosti koncentrácie elektrónov sa premietne do rôznych typov teplotnej závislosti Fermiho energie. V oblasti slabej ionizácie ($n \ll N_D - N_A$, $n \ll N_A$) sa bude Fermiho energia posúvať z hodnoty E_D smerom k dnu vodivostného pásu (oblasť I z obr. 7.6). Pri vyšších teplotách ($n \ll N_D - N_A$, $n \gg N_A$) bude posun Fermiho energie k dnu vodivostného pásu pokračovať, avšak tento posun bude menej výrazný (oblasť II z obr. 7.6). V oblasti úplnej ionizácie donorov je koncentrácia elektrónov teplotne nezávislá, takže zvyšovanie teploty spôsobí prudký pokles Fermiho energie smerom k stredu zakázaného pásu (oblasť III z obr. 7.6). Pri ďalšom zvyšovaní teploty začne hrať podstatnú úlohu vlastná vodivosť, takže teplotná závislosť Fermiho energie začne byť podobná závislosti $E_i(T)$ očakávanej u vlastného polovodiča. Poznamenajme, že v pre silne kompenzovaný polovodič, oblasť II nebude existovať. Konkrétny tvar teplotnej závislosti je určený hodnotami koncentrácií N_D , N_A , energiou E_D donorových stavov ako aj šírkou E_G zakázaného pásu.



Obr. 7.6 Teplotná závislosť Fermiho energie slabo kompenzovaného polovodiča

7.3 Vedenie prúdu v polovodičoch

Výklad vedenia prúdu v polovodičoch je obvykle založený na použití Fermi – Diracovej štatistiky a Boltzmannovej transportnej rovnice. Dôležitým zjednodušujúcim predpokladom je predpoklad o existencii relaxačného času τ , ktorý umožňuje nahradiť časovú deriváciu danej veličiny podielom zmeny tejto veličiny a relaxačného času. Ak budeme ďalej predpokladať homogénne prostredie a nebudeme uvažovať závislosť relaxačného času od energie, je možné uviesť základný vzťah pre zložku mernej vodivosti γ pochádzajúcej od vodivostných elektrónov [69]

$$\gamma_n = \frac{ne^2\tau_n}{m_n^*}, \quad (7.15)$$

kde τ_n je relaxačný čas. Uvedený vzťah sa často prepisuje do tvaru

$$\gamma_n = ne\mu_n, \quad (7.16)$$

kde μ_n je pohyblivosť zavedená ako $e\tau_n/m_n^*$, ktorá sa udáva v jednotkách $\text{m}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$. Ďalej budeme potrebovať vyjadrenie Ohmovho zákona v diferenciálnom tvare

$$j_x = \gamma \xi_x, \quad (7.17)$$

j_x predstavuje prúdovú hustotu v smere osi x , ξ_x je intenzita elektrického poľa v smere osi x . Prúdová hustota j_x je určená

koncentráciou nosičov náboja, veľkosťou náboja, ktorý nosič nesie a strednou unášavou (driftovou) rýchlosťou pohybu nosičov náboja. Môžeme teda písať

$$j_x = ne\bar{v}, \quad (7.18)$$

Stredná unášavá rýchlosť je označená symbolom \bar{v} . Ak porovnáme vzťahy (7.16, 7.17) a (7.18) zistíme, že tzv. pohyblivosť môžeme uviesť v tvare $\mu_n = \bar{v} / \xi_x$, z ktorého je zrejмый fyzikálny význam pohyblivosti. Pohyblivosť vyjadruje strednú unášavú rýchlosť nosičov pri jednotkovej intenzite elektrického poľa.

Z predošlých úvah je zrejмый, že na transporte náboja v polovodiči sa zúčastňujú elektróny aj diery. Celková prúdová hustota bude teda pozostávať z dvoch zložiek, elektrónovej a dierovej. Pre dierovú zložku prúdovej hustoty bude platiť podobný vzťah ako pre elektrónovú zložku, $\gamma_p = pe\mu_p$, kde symbolom μ_p je označená pohyblivosť dier. Vďaka opačnému náboju elektrónov a dier sa tieto budú vplyvom vonkajšieho elektrického poľa pohybovať opačným smerom, takže výsledná prúdová hustota γ_x bude algebraickým súčtom elektrónovej γ_{nx} a dierovej zložky γ_{px} prúdovej hustoty, $\gamma_x = \gamma_{nx} + \gamma_{px}$. Následne, s uvážením vzťahov (7.16) a (7.17) môžeme písať

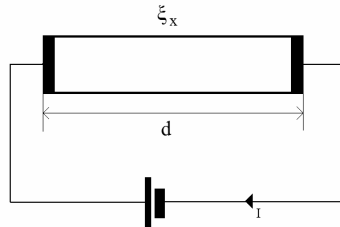
$$j_x = (ne\mu_n + pe\mu_p)\xi_x = \gamma\xi_x \quad \text{a teda} \quad \gamma = (ne\mu_n + pe\mu_p). \quad (7.19)$$

Pokiaľ nie je na polovodič naložené vonkajšie elektrické pole je pohyb oboch druhov nosičov náboja chaotický, bez preferovaného smeru, takže výsledný prenášaný prúd je nulový. Ak na polovodič naložíme vonkajšie elektrické pole, dôjde k usmerneniu pohybu nosičov, pričom diery sa budú pohybovať s smere elektrického poľa a elektróny proti tomuto smeru. V reálnom materiáli sa nosiče náboja pohybujú rôznou rýchlosťou, kvôli makroskopickému popisu zavádzame strednú unášavú rýchlosť. Počas pohybu elektrónov dochádza ku zrážkam, vzdialenosť, ktorú elektrón prejde medzi dvomi zrážkami označujeme ako stredná voľná dráha Λ . Za predpokladu, že τ vyjadruje strednú dobu medzi zrážkami, bude pre strednú voľnú dráhu platiť [70]

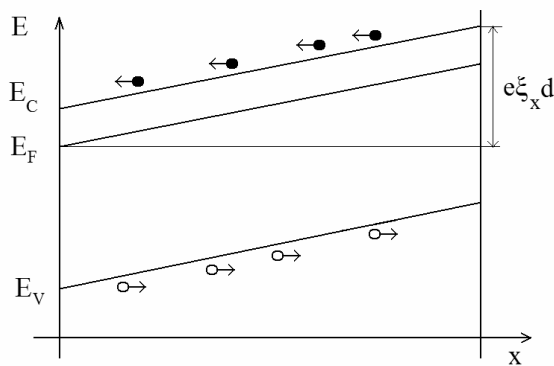
$$\Lambda = \bar{v}\tau. \quad (7.20)$$

Energetický diagram pre elektróny a diery v polovodiči, na ktorom je naložené vonkajšie elektrické pole (obr. 7.7a), je uvedený na obr 7.7b. Energia voľného elektrónu v polovodiči je znázornená v spodnom okraji vodivostného pásu. Vzhľadom k zápornému náboju elektrónu sa po naložení vonkajšieho elektrického poľa budú elektróny pohybovať k miestu s potenciálnou energiou menšou o $-e\xi_x d$ ako je energia E_C . Analogicky, vzhľadom k opačnému náboju, diery sa budú

pohybovať k miestu s potenciálnou energiou menšou o $e\xi_x d$ ako je energia E_C . Pri predpoklade homogénneho polovodiča a konvencii uvádzať energiu elektrónu ako kladnú veličinu, bude pohyb elektrónov resp. dier odpovedať pohybu po naklonenej rovine smerom nadol resp. nahor [70].



Obr. 7.7a Obvod pre polovodič vo vonkajšom elektrickom poli



Obr. 7.7b Energetický diagram polovodiča vo vonkajšom elektrickom poli

Podľa Ohmovho zákona je veľkosť prúdovej hustoty priamo úmerná intenzite naloženého elektrického poľa. Môžu však nastať situácie kedy Ohmov zákon neplatí. Stane sa tak napríklad vo veľmi silných elektrických poliach, kedy je pohyblivosť závislá od intenzity naloženého poľa. Ukazuje sa, že pre silné elektrické polia je možné uvažovať vzťah

$$\gamma = \gamma_0 \exp \alpha (\xi - \xi_k), \quad (7.21)$$

kde ξ_k predstavuje kritickú intenzitu elektrického poľa nad ktorou už Ohmov zákon neplatí. Typická hodnota ξ_k pre bežné polovodiče je približne 10^4 Vm^{-1} . Odchýlky od Ohmovho zákona môžu byť spôsobené niekoľkými fyzikálnymi javmi. Jedným z nich je termoelektrická ionizácia, kedy vonkajšie elektrické pole naložené na

polovodič mení energetické stavy tak, že na prekonanie zakázaného pásu postačí elektrónom dodať energiu o ΔE menšiu ako je tomu v prípade nulového elektrického poľa. Zníženie energie potrebnej na vybudenie elektrónu má za následok zvýšenie pravdepodobnosti prechodu do vodivostného pásu pre danú teplotu. Pre veľkosť ΔE bol odvodený vzťah

$$\Delta E = 2e\sqrt{\frac{e\zeta_x}{\varepsilon}}, \quad (7.22)$$

kde ε je permitivita polovodiča. Je zrejmé, že so vzrastajúcou intenzitou elektrického poľa sa znižuje šírka zakázaného pásu a tým narastá pravdepodobnosť prechodu elektrónu do vodivostného pásu. Ďalším mechanizmom, ktorý vedie k odchýlkam od Ohmovho zákona je nárazová ionizácia. Pokiaľ je hodnota intenzity elektrického poľa veľká, získa elektrón medzi zrážkami dostatočnú kinetickú energiu na ionizovanie atómu a tým na uvoľnenie ďalšieho elektrónu, ktorý sa podieľa na transporte náboja. Tento efekt však nie je lavínovitý, ako by sa mohlo na prvý pohľad zdať. Postupné zvyšovanie koncentrácie ionizovaných atómov má za následok aj zvýšenie pravdepodobnosti rekombinácie, čo vedie k nastaveniu dynamickej rovnováhy pre danú teplotu a veľkosť elektrického poľa. Navyše pri tomto procese interagujú elektróny aj s kmitmi mriežky a časť energie im odovzdávajú. Jedná sa teda o vratný proces a nie o dielektrický prieraz, ku ktorému dochádza až pri podstatne väčších intenzitách elektrického poľa.

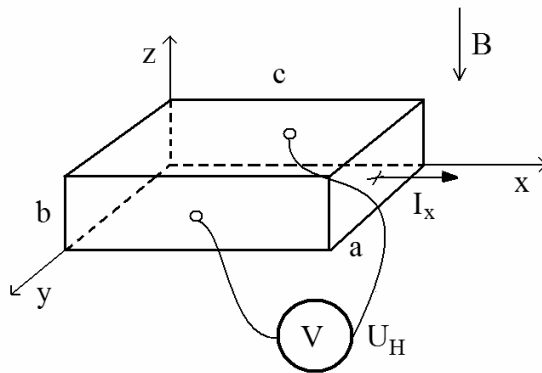
7.4 Hallov jav v polovodičoch

K vzniku Hallovho javu dochádza v kovoch a polovodičoch vďaka Lorentzovej sile pôsobiacej na pohybujúce sa nosiče náboja [69]. Pre veľkosť Lorentzovej sily pôsobiacej na elektrón, ktorý sa pohybuje strednou unášavou rýchlosťou, platí

$$\vec{F}_e = e[\vec{E}_x + \vec{v} \times \vec{B}]. \quad (7.23)$$

Zložka Lorentzovej sily pochádzajúca od magnetického poľa je vždy kolmá na smer strednej unášavej rýchlosti a na indukciu magnetického poľa. Následne, ak bude na polovodič naložené elektrické pole vyvolávajúce prúd I_x a magnetické pole bude orientované v smere osi z , budú elektróny vychyľované s smere osi y , čo bude mať za následok vznik napätového rozdielu medzi okrajmi vzorky v uvedenom smere (obr. 7.8). Ak budeme navyše predpokladať, že magnetické pole je slabé, nebude dochádzať k výraznému zakriveniu trajektórií elektrónov. Elektróny budú zo smeru osi x vychyľované o istý uhol Θ_n , čím sa vytvorí nerovnomerné

rozdelenie hustoty elektrónov v smere osi y , ktoré je príčinou vzniku Hallovoho napätia U_H . V rovnovážnom stave bude zložka \vec{F}_m Lorentzovej sily pôsobiaca v smere osi y v rovnováhe so silou \vec{F}_e pochádzajúcou od elektrického poľa, ktoré vznikne v dôsledku



Obr. 7.8 Hallov jav v polovodiči

nerovnomerného rozloženia elektrónov v smere osi y , tj. $\vec{F}_m + \vec{F}_e = 0$. Po dosadení za obe sily môžeme písať $-e\vec{v}B - e\xi_y = 0$, odtiaľ $\xi_y = -\vec{v}B$. Keďže na voľný elektrón pôsobí aj zložka Lorentzovej sily v smere osi x , elektrón sa v malých magnetických poliach vychýli zo smeru osi x o uhol θ_n , pre veľkosť ktorého platí:

$$\tan \theta_n = \frac{\xi_y}{\xi_x} . \quad (7.24)$$

S uvážením spôsobu zavedenia pohyblivosti môžeme písať

$$\xi_y = -B\mu_n \xi_x . \quad (7.25)$$

Následne, intenzita elektrického poľa v smere osi y ξ_y bude daná vzťahom

$$\xi_y = -B\mu_n \frac{j_x}{\gamma} = -B\mu_n \frac{j_x}{ne\mu_n} = R_H B j_x , \quad (7.26)$$

kde sme využili diferenciálny tvar Ohmovho zákona a vzťah (7.17). Konštanta R_H sa nazýva Hallova konštanta a platí, $R_H = -1/ne$, pričom R_H sa udáva v jednotkách $\text{m}^3 \cdot \text{C}^{-1}$. Pre homogénnu vzorku je možné prejsť od diferenciálneho vyjadrenia vzťahu (7.17) k jeho integrálnej podobe

$$U_H = R_H \frac{BI}{ab} b = R_H \frac{BI}{a}, \quad (7.27)$$

kde sme využili fakt, že pre homogénnu vzorku je $U_H = \xi_y b$ a $j_x = I_x / ab$. Pokiaľ budeme uvažovať polovodič typu P, kde sú majoritné nosiče diery, dá sa obdobným postupom ukázať, že $R_H = 1 / pe$. Pri odvodení využijeme skutočnosť, že stredná unášavá rýchlosť dier má opačný smer ako stredná unášavá rýchlosť elektrónov. Rôzne znamienko Hallevej konštanty pre polovodič typu P a N nám dáva možnosť určiť typ vodivosti neznámeho polovodiča štúdiom jeho Hallevej konštanty. Táto metóda však nemusí byť spoľahlivá, pokiaľ sú v polovodiči prítomné oba typy nosičov súčasne. V tejto situácii budú aj elektróny, aj diery vychýľované na jednu stranu polovodiča súčasne. Príčinou uvedeného správania je opačný smer pohybu jednotlivých nosičov a ich opačný náboj. Následne, ak uvažíme výsledný prúd j_y v smere osi y , tento bude vďaka opačným nábojom daný rozdielom elektrónovej zložky j_{ye} a dierovej zložky j_{yp}

$$j_y = j_{yp} - j_{yn} = pe\mu_p \xi_{yp} - ne\mu_n \xi_{yn}. \quad (7.28)$$

Obdobným postupom ako v prípade polovodiča s jedným druhom nosičov je možné ukázať, že

$$R_H = \frac{p - b^2 n}{e(nb + p)^2}, \text{ pričom } b = \frac{\mu_n}{\mu_p}. \quad (7.29)$$

Pokiaľ budeme uvažovať vlastný polovodič, bude $n = p = n_i$, takže

$$R_H = \frac{1}{n_i e} \frac{b - 1}{b + 1}. \quad (7.30)$$

Zo vzťahu (7.29) je zrejmé, že určenie typu vodivosti zo znamienka Hallevej konštanty pre prímiesový kompenzovaný polovodič nemusí byť korektné. Pokiaľ nastane situácia, v ktorej $p = b^2 n$, dôjde k zmene znamienka Hallevej konštanty. Keďže väčšinou je pohyblivosť dier menšia ako pohyblivosť elektrónov, bude teda $b > 1$. Vidíme, že k zmene znamienka Hallevej konštanty môže dôjsť u polovodiča typu P ($p > n$) s určitou koncentráciou dier, ak súčasne koncentrácia elektrónov ako minoritných nosičov nie je zanedbateľná.

Pokiaľ budeme skúmať Hallov jav s silných magnetických poliach nebude už možné zanedbať zakrivenie dráh nosičov [70]. Z pohybovej rovnice (7.23) po úprave získame sústavu skalárnych rovníc

$$\dot{v}_x = -\frac{e}{m_n} \xi_x - \omega v_y \quad (7.31a)$$

$$\dot{v}_y = -\frac{e}{m_n^*} \xi_y + \omega v_x, \quad (7.31b)$$

kde $\omega = eB/m_n^*$. Riešením sústavy rovníc (7.31) v ustálenom stave sa dá ukázať, že pre polovodič s jedným typom nosičov je prúdová hustota v smere osi x priamo úmerná intenzite elektrického poľa v tom istom smere. Získaný výsledok znamená, že prične magnetické pole neovplyvňuje elektrický odpor polovodiča s jedným typom nosičov v pozdĺžnom smere.

7.5 Rozptylové mechanizmy

Existencia rozptylových procesov v polovodiči má za následok obnovenie stacionárneho stavu. Rozptylové procesy zahŕňujú zrážky elektrónov s inými stupňami voľnosti, napr. kmitmi mriežky, prímiesami a umožňujú prenos energie s elektrónového do iného podsystemu. Ako už bolo uvedené, každý rozptylový proces je charakterizovaný relaxačným časom, ktorý je vo všeobecnosti funkciou energie častíc a teploty. Ukazuje sa, že pre väčšinu polovodičov je možné teplotnú a energetickú závislosť relaxačného času odseparovať a relaxačný čas vyjadriť vo forme $\tau = a(T)E^{-s}$, kde hodnota parametra s je rôzna pre rôzne typy rozptylu. Napríklad pre rozptyl elektrónov na kmitoch mriežky (fonónoch) platí $s=2$, pre rozptyl elektrónov na prímiesiach je $s=-3/2$. Uvedené mechanizmy rozptylu sa uplatňujú pri rôznych teplotách. V oblasti nízkych teplôt, kedy je v systéme malý počet fonónov, bude dominantný rozptyl elektrónov na ionizovaných prímiesiach. Pri zvyšovaní teploty bude narastať pravdepodobnosť rozptylu elektrónov na fonónoch a pri dostatočne vysokých teplotách bude tento druh rozptylového mechanizmu prevažujúci. Z teórie kondenzovaných látok vyplýva, že relaxačný čas pri rozptylovom mechanizme je nepriamo úmerný pravdepodobnosti zmeny stavu častice vďaka rozptylu. Následne, ak máme v systéme viacej rozptylových procesov, bude celkový relaxačný čas daný vzťahom [70]

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_f} + \frac{1}{\tau_p} + \frac{1}{\tau_d}, \quad (7.32)$$

kde τ_f , τ_p a τ_d označujú postupne relaxačné časy pre rozptyl elektrónov na fonónoch, prímiesiach a dislokáciách. Ak je relaxačný čas funkciou energie, je nutné vo vzťahoch medzi merateľnými veličinami a τ uvažovať jeho strednú hodnotu, takže napr. vzťah (7.15) pre elektrickú vodivosť sa modifikuje nasledovne

$$\gamma_n = \frac{ne^2 \langle \tau_n \rangle}{m_n^*}, \quad \mu = \frac{e \langle \tau_n \rangle}{m_n^*}, \quad (7.33a,b)$$

príčom strednú hodnotu relaxačného času určíme zo vzťahu

$$\langle \tau \rangle = \frac{\int_0^\infty \tau(E) E^{\frac{3}{2}} f_0 dE}{\int_0^\infty E^{\frac{3}{2}} f_0 dE}, \quad (7.34)$$

Funkcia f_0 predstavuje rovnovážnu rozdeľovaciu funkciu, $f_0 = \exp(-E/k_B T)$. Nie je obtiažne ukázať, že ak použijeme vzťahy (7.33a,b), dostaneme pre veľkosť Hallovoho koeficientu výraz

$$R_H = -\frac{1}{ne} \frac{\langle \tau^2 \rangle}{\langle \tau \rangle^2} \equiv -\frac{1}{ne} r_H, \quad (7.35)$$

kde koeficient r_H sa nazýva rozptylový činiteľ a podľa očakávania má hodnotu 1, pokiaľ relaxačný čas nie je funkciou energie častíc. Veľkosť rozptylového činiteľa je charakteristická pre každý druh rozptylu, pre rozptyl elektrónov na kmitoch mriežky je $r_H = 1.18$, pre rozptyl elektrónov na prímiesiach je $r_H = 1.93$. Poznamenajme, že pomocou rozptylového činiteľa je zavedená aj tzv. Hallova pohyblivosť μ_H , $\mu_H = \mu_n r_H$.

Záverom tejto časti uvážme ešte v krátkosti magnetorezistenciu. Ako sme už uviedli, pre polovodič s jedným typom nosiča a relaxačným časom nezávislým od energie magnetorezistencia neexistuje. Pre relaxačný čas, ktorý je energeticky závislý je situácia iná, magnetorezistencia sa v polovodiči objaví, bez odvodu uvedme, že pre relatívnu zmenu elektrického odporu vplyvom magnetického poľa bude platiť [72]

$$\frac{\Delta \gamma}{\gamma_0} = \zeta B^2 \gamma_0^2 R_H^2, \quad (7.36)$$

koeficient ζ sa nazýva magnetorezistenčný koeficient a je určený vzťahom

$$\zeta = \frac{\langle \tau^2 \rangle^2}{\langle \tau \rangle^4} \quad (7.37)$$

Obdobne ako rozptylový činiteľ aj magnetorezistenčný koeficient závisí od typu rozptylu, pre rozptyl elektrónov na kmitoch mriežky je $\zeta = 1.39$, pre rozptyl elektrónov na prímiesiach je $\zeta = 3.72$.

7.6. Meranie základných parametrov polovodičov

V predchádzajúcich častiach sme si pripomenuli vybrané fyzikálne vlastnosti polovodičov, predovšetkým súvislosť medzi parametrami charakterizujúcimi daný polovodič (n , p , E_D , E_A , N_D , N_A , E_G , μ_n) a merateľnými veličinami predovšetkým elektrickým odporom a Hallovým napätím. V nasledujúcich častiach pojednáme o spôsobe, akým určíme hodnoty parametrov daného polovodičového materiálu.

Pri štúdiu základných parametrov polovodiča hrá kľúčovú úlohu teplotná závislosť koncentrácie nosičov. Pre vlastný polovodič je uvedená závislosť určená vzťahom (7.8), zatiaľ čo pre prímiesový slabo kompenzovaný polovodič sme rozlíšili tri teplotné režimy. Pri najnižších teplotách ($k_B T \ll E_D$) uvažujeme iba slabú ionizáciu prímiesí, takže koncentrácia nosičov náboja bude spĺňať podmienku $n \ll N_D - N_A$, $n \ll N_A$. Dá sa ukázať, že pri najnižších teplotách bude teplotná závislosť koncentrácie nosičov náboja určená vzťahom [73]

$$n = \frac{N_D - N_A}{N_A} \frac{N_C}{2} \exp\left(\frac{-E_D}{k_B T}\right). \quad (7.38)$$

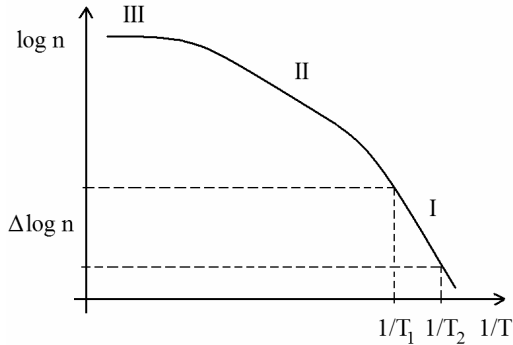
Pri vyšších teplotách narastie koncentrácia nosičov náboja tak, že bude platiť $n \gg N_A$, avšak stále bude $n \ll N_D - N_A$. Zvýšenie koncentrácie nosičov v tejto teplotnej oblasti vedie k modifikácii jej teplotnej závislosti

$$n = \left[\frac{N_D - N_A}{2} N_C \right]^{\frac{1}{2}} \exp\left(\frac{-E_D}{2k_B T}\right). \quad (7.39)$$

V oblasti vysokých teplôt ($k_B T \gg E_D$) sú plne ionizované prímiesové stavy a pokiaľ sa ešte neuplatňuje vlastná vodivosť, bude

$$n \rightarrow N_D - N_A. \quad (7.40)$$

Teplotná závislosť nosičov v jednotlivých teplotných oblastiach (I, II a III) je v redukovaných súradniciach znázornená na obr. 7.9. Uvedená závislosť je veľmi podstatná, nakoľko práve z nej je možné určiť niektoré charakteristické parametre polovodiča, o čom pojednáme v nasledujúcej časti.



Obr. 7.9 Teplotná závislosť koncentrácie nosičov

Určenie aktivačnej energie prímiesí je založené na meraní teplotnej závislosti koncentrácie nosičov v teplotných oblastiach I a II, pozri obr. 7.9. Zaujímá nás aká je zmena koncentrácie nosičov s teplotou v jednej, alebo druhej teplotnej oblasti. Hľadajú zmenu koncentrácie môžeme určiť zo systematického štúdia teplotnej závislosti koncentrácie v danej oblasti, alebo sa sústredíme na hodnoty koncentrácie pri dvoch vybraných teplotách. Použitím druhého prístupu máme možnosť určiť aktivačnú energiu prímiesí (E_D pre donory) s využitím vzťahov [73]

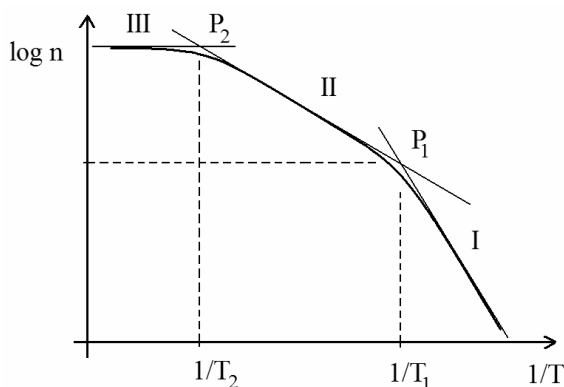
$$E_D = 0.198 \frac{\Delta \log n - \frac{3}{2} \log \left(\frac{T_1}{T_2} \right)}{\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \cdot 1000} \text{ [eV]} \quad (7.41)$$

resp.

$$E_D = 0.397 \frac{\Delta \log n - \frac{3}{4} \log \left(\frac{T_1}{T_2} \right)}{\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \cdot 1000} \text{ [eV]}, \quad (7.42)$$

ktoré platia v oblastiach I resp. II.

Určenie koncentrácie prímiesí (N_D , N_A) taktiež využíva znalosť teplotnej závislosti nosičov náboja, aj keď odlišným spôsobom. Uvedenú závislosť v každej teplotnej oblasti fitujeme priamkou, pričom skúmame priesečníky priamok získané extrapoláciou teplotných závislostí z oblastí I a II, resp. I a III. Situácia je ilustrovaná na obr. 7.10.



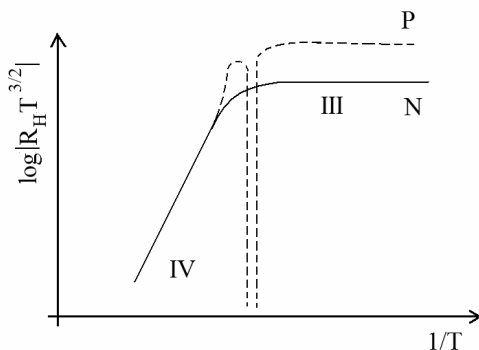
Obr. 7.10 Analýza teplotnej závislosti koncentrácie nosičov

Porovnaním vzťahov (7.38) až (7.40) popisujúcich teplotnú závislosť nosičov náboja v jednotlivých teplotných oblastiach je možné ukázať že napr. v priesečníku P_1 priamok z oblastí I a II je hodnota koncentrácie nosičov náboja rovná práve N_A a v priesečníku P_2 priamok z oblastí I a III je to hodnota $N_D - N_A$. Po určení hodnôt koncentrácie nosičov v oboch priesečníkoch môžeme už ľahko vypočítať koncentrácie jednotlivých prímiesí.

Určenie šírky zakázaného pásu vyžaduje štúdium koncentrácie nosičov v oblasti vyšších teplôt, kde sa už prejavuje vlastná vodivosť. Koncentráciu nosičov v oblasti vlastnej vodivosti môžeme určiť na základe štúdia Hallovej konštanty s využitím vzťahu (7.30) pre Hallovu konštantu vlastného polovodiča. Následne, po uvážení vzťahu (7.10) pre teplotnú závislosť koncentrácie nosičov vlastného polovodiča môžeme písať [70]

$$E_G = \frac{\Delta \log R_H T^{\frac{3}{2}}}{\Delta \left(\frac{1000}{T} \right)} 0.937 \text{ [eV]}. \quad (7.43)$$

Závislosť Hallovho napätia na teplote v teplotných oblastiach III a IV (pozri obr. 7.6) pre polovodič typu N a P je uvedená na obr. 7.11. V oblasti III, ktorá je charakterizovaná plnou ionizáciou prímiesí, je koncentrácia nosičov a teda aj Hallova konštantu teplotne nezávislá. Pri zvýšení teploty začne rozhodujúcu úlohu hrať vlastná vodivosť, kedy začne byť Hallova konštantu funkciou teploty. Poznamenajme, že pre polovodič typu P nastane v prechodovej oblasti teplôt už spomínaná zmena znamienka Hallovej konštanty, ktorá sa v redukovaných súradniciach použitých na obr. 7.11 prejaví ako singularita.



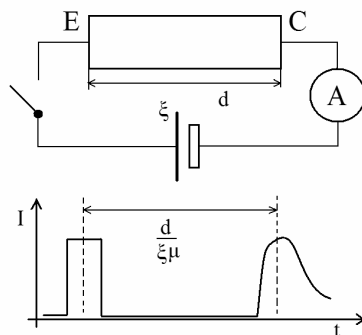
Obr. 7.11 Teplotná závislosť Hallevej konštanty pre polovodič typu P a N

Ak poznáme teplotnú závislosť pohyblivosti nosičov náboja v oblasti vlastnej vodivosti, ktorú je obvykle možné vyjadriť v tvare $\mu_{n,p} = a_{n,p} T^{-b}$, môžeme určiť šírku zakázaného pásu aj z meraní elektrickej vodivosti s použitím vzťahu

$$E_G = 0.397 \frac{\Delta \log \sigma_i T^{b-3/2}}{\Delta \left(\frac{1000}{T} \right)} \quad [eV], \quad (7.45)$$

kde σ_i je vlastná vodivosť, pre ktorú platí $\sigma_i = en_i(\mu_n + \mu_p)$.

Určenie pohyblivosti nosičov náboja je možné niekoľkými technikami, principiálne najjednoduchšie je priame meranie, ktoré vychádza z usporiadania na obr. 7. 12. Uvažujme polovodič typu N



Obr. 7.12 Usporiadanie pre meranie pohyblivosti nosičov a časový priebeh signálu.

zapojený do obvodu so spínačom a citlivým ampérmetrom. Po zopnutí spínača počas stanoveného časového intervalu sa kladným impulzom zavedú do polovodiča minoritné nosiče, ktoré sa začnú v polovodiči šíriť od strany E smerom k strane C. Následne je citlivým ampérmetrom zaznamenaný impulz, ktorý však bude vďaka difúzii nosičov skreslený. Ak dokážeme dostatočne presne určiť čas t_i medzi spádovou hranou vyslaného impulzu a detekovaným impulzom môžeme určiť pohyblivosť nosičov priamo z jej definície [71]

$$\mu_p = \frac{d}{\xi t_i}, \quad (7.46)$$

kde d je dĺžka vzorky. Pre minimalizáciu vplyvu skreslenia na učenie času prechodu minoritných nosičov vzorkou polovodiča je vhodné aby $t_i < \tau_d$, kde τ_d je doba života minoritných nosičov. Vzhľadom k obvyklým dobám života minoritných nosičov je vhodné, aby sa hodnoty t_i pohybovali v oblasti jednotiek mikrosekúnd. Následne, vzhľadom k difúznej dĺžke L_p minoritných nosičov, je potrebné splniť podmienku $d < L_p$. Splnenie uvedenej podmienky v experimentálnej praxi vyžaduje udržať hodnotu parametra d v oblasti desiatin milimetra. Je teda zrejmé, že napriek svojej principiálnej jednoduchosti je priame určenie pohyblivosti minoritných nosičov náboja obtiažne technicky, preto sa v praxi často používajú nepriame metódy.

Najčastejšie používaná nepriama metóda je založená na kombinovanom meraní Hallovej konštanty a elektrickej vodivosti. V oblasti čisto prímiesovej vodivosti pre polovodič typu N môžeme písať

$$\mu_H = r_H \mu_n = \frac{r_H}{ne} ne \mu_n = -R_H \gamma_n. \quad (7.47)$$

Pre polovodič typu P je analogicky

$$\mu_p = \frac{1}{r_H} R_H \gamma_p \quad (7.48)$$

Ak poznáme typ teplotnej závislosti pohyblivosti nosičov (ako už bolo spomenuté, obvykle ide o závislosť typu $\tau = a(T)E^{-s}$, pričom $a(T) = aT^{-a}$), môžeme analýzou veličiny $R_H \gamma_p$ určiť hodnotu koeficientu a . Konkrétnejšie, veľkosť koeficientu a získame pomocou vzťahu

$$a = \frac{\Delta \log |R_H \gamma|}{\Delta \log T} \quad (7.49)$$

Pokiaľ sa nachádzame v oblasti vlastnej vodivosti, môžeme určiť rozdiel pohyblivostí oboch typov nosičov

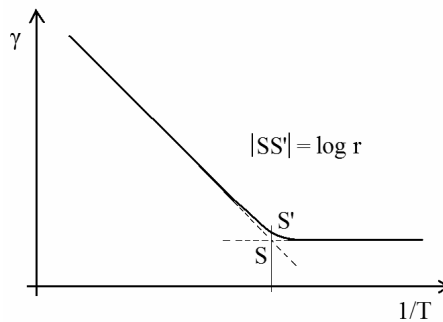
$$\mu_n - \mu_p = \frac{|R_H \gamma|}{r_H} \quad (7.50)$$

Pre stanovenie jednotlivých pohyblivostí je potrebné určiť aj ich pomer. Kombináciou vzťahov (7.19) a (7.30) pre oblasť vlastnej vodivosti dostávame

$$\mu_n = \frac{|R_H \gamma|}{r_H} \frac{b}{b-1} \quad (7.51)$$

$$\mu_p = \frac{R_H \gamma}{r_H} \frac{1}{b-1} \quad (7.52)$$

Pomer pohyblivostí určíme z meraní elektrickej vodivosti v oblasti prímiesovej a vlastnej vodivosti. Získaná teplotná závislosť elektrickej vodivosti je schematicky znázornená na obr. 7.13. V oblasti nižších teplôt, kedy dominuje prímiesová vodivosť a uvažujeme plnú ionizáciu



Obr. 7.13 Teplotná závislosť elektrickej vodivosti v okolí oblasti vlastnej vodivosti

prímiesí, bude bude elektrická vodivosť konštantná. Pri zvyšovaní teploty sa začne uplatňovať vlastná vodivosť charakterizovaná exponenciálnym nárastom elektrickej vodivosti s teplotou. Lineárne časti krivky sa extrapolujú do ich priesečníka S , pričom napr. pre polovodič typu P bude v priesečníku S platiť $\gamma = \gamma_p$. Ak zavedieme pomer hodnoty vodivosti γ skutočne zmeranej v priesečníku S a hodnoty γ_p ako r , dá sa ukázať [74], že pre polovodič typu P bude platiť

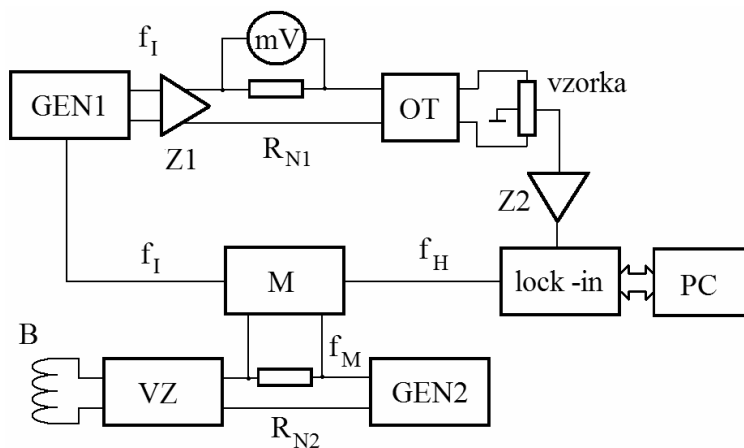
$$b = \frac{1}{r-1} - r \quad (7.53)$$

a pre polovodič typu N dostaneme

$$b = \left(\frac{1}{r-1} - 1 \right)^{-1} \quad (7.54)$$

Hodnota parametra r sa obvykle určuje priamo z grafu teplotnej závislosti elektrického odporu. Pri praktickom použití načrtnutého postupu vznikajú problémy pri určení polohy priesečníka S , pretože závislosti v oblasti vlastnej a aj prímiesovej vodivosti nie sú v uvedených súradniciach presne lineárne, čo sťažuje extrapoláciu.

Experimentálne štúdium Hallovho javu a tepelnej vodivosti striedavou metódou vychádza z usporiadania schematicky znázorneného na obr. 7.14 [73]. Generátor $GEN1$ vytvára harmonický signál s frekvenciou f_I . Tento signál je zosilnený zosilňovačom $Z1$ a privádzaný na oddeľovací transformátor OT . Prúd tečúci do transformátora je meraný buď priamo miliampérmetrom, alebo, v prípade malých prúdov, nepriamo z napäťového úbytku na normálovom odpore R_{N1} . Sekundárne vinutie oddeľovacieho transformátora je privedené na prúdové kontakty na skúmanej vzorke. Merané Hallove napätie je zosilnené zosilňovačom $Z2$ a privedené na signálový vstup lock - in zosilňovača. Druhý generátor $GEN2$ vytvára taktiež harmonický signál s frekvenciou f_M , ktorý je použitý na vytvorenie striedavého magnetického poľa. Výstupný signál z tohto generátora je privedený na výkonový zosilňovač VZ , ktorý napája cievku magnetu. Navyše, z normálového odporu R_{N2} je signál odoberaný aj na jeden vstup zmiešavača M . Na druhý vstup zmiešavača je privedený harmonický signál z prvého generátora $GEN1$. Po zmiešaní oboch signálov dostaneme opäť harmonický signál



Obr. 7.14 Experimentálne usporiadanie pre štúdium Hallovho javu

s frekvenciou f_H , ktorý je referenčným signálom pre lock - in zosilňovač. Údaje z lock - in zosilňovača sú prenášané do riadiaceho počítača PC. Harmonické priebehy magnetického poľa a prúdu pretekajúceho vzorkou môžeme popísať pomocou rovníc

$$I = I_0 \cos \omega_I t \quad \omega_I = 2\pi f_I \quad (7.55a)$$

$$B = B_0 \cos \omega_M t \quad \omega_M = 2\pi f_M \quad (7.55b)$$

Pre časovú závislosť Hallovoho napätia U_H na vzorke s hrúbkou d následne získame vzťah

$$U_H = R_H \frac{I_0 B_0}{d} = U_{H0} [\cos(\omega_M - \omega_I)t + \cos(\omega_M + \omega_I)t] \quad (7.56)$$

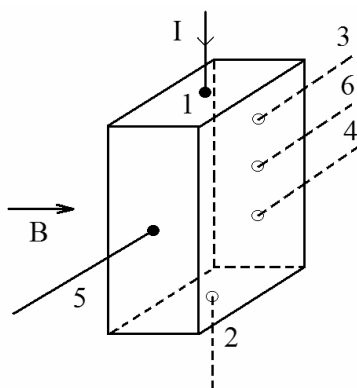
pričom

$$U_{H0} = R_H \frac{I_0 B_0}{2d} \quad (7.57)$$

Keďže časovú závislosť Hallovoho napätia meriame lock-in zosilňovačom na jedinej frekvencii ω_H , ktorá je obvykle rovná súčtu, resp. rozdielu frekvencií ω_I a ω_M , bude pre hľadajú časovú závislosť platiť

$$U_H = U_{H0} \cos \omega_H t \quad (7.58)$$

Po určení hodnoty amplitúdy Hallovoho napätia je možné pomocou vzťahu (7.57) vypočítať hodnotu Hallovej konštanty. Pri meraní Hallovoho javu najčastejšie používame usporiadanie prívodných



Obr. 7.15 Usporiadanie vodičov pre simultánne meranie Hallovoho javu a elektrickej vodivosti.

vodičov na vzorke znázornené na obr. 7.15. Dvojica vodičov 1 a 2 je použitá na privedenie prúdu I , Hallovo napätie je snímané z dvojice vodičov 5 a 6 uložených kolmo na smer pretekajúceho prúdu a vonkajšieho magnetického poľa. Ďalšia dvojica vodičov 3 a 4 slúži na snímanie napäťového spádu medzi týmito vodičmi. Uvedené usporiadanie umožňuje súčasné meranie Hallevej konštanty a elektrickej vodivosti v závislosti od vonkajších podmienok, najčastejšie od zmeny teploty. Vskutku, ak poznáme prierez vzorky S a vzdialenosť l medzi kontaktmi vodičov 3 a 4 môžeme elektrickú vodivosť určiť zo vzťahu

$$\sigma = \frac{1}{R} \frac{l}{S}, \quad (7.59)$$

kde R je ohmický odpor skúmanej vzorky. Ak je vzorka budená harmonickým prúdom I podľa vzťahu (7.55a), potom pre napätie vytvorené medzi kontaktmi vodičov 3 a 4 bude platiť

$$U = RI = RI_0 \cos \omega_1 t, \quad (7.60)$$

Pri meraní elektrickej vodivosti je referenčným signálom lock-in zosilňovača signál odoberaný priamo z generátora $GEN1$.

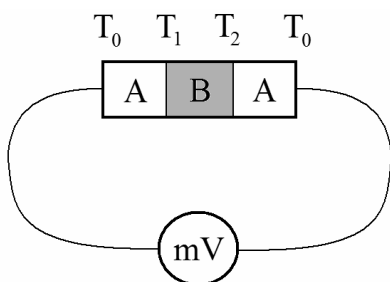
7.7 Termoelektrické javy v polovodičoch

Termoelektrické javy v polovodičoch predstavujú dôležitú skupinu transportných javov, ktoré majú nielen praktické použitie, ale sú dôležité aj pri určení niektorých podstatných parametrov ako je napr. Fermiho energia, alebo efektívna hmotnosť nosičov prúdu. V nasledujúcej časti pojednáme o Seebeckovom, Thomsonovom a Peltierovom jave [69].

Ak vytvoríme usporiadanie pozostávajúce z dvoch rôznych kovov A a B , pričom v mieste spojov budeme udržiavať rôzne teploty T_1 a T_2 , objaví sa na koncoch napäťový rozdiel, ktorý môžeme zmerať milivoltmetrom (pozri obr. 7.16). Pre veľkosť napätia platí vzťah

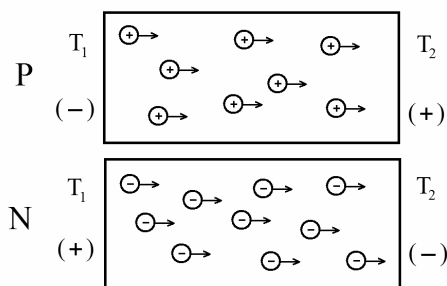
$$U_{AB} = \alpha_{AB}(T_1 - T_2), \quad (7.61)$$

kde konštanta α_{AB} predstavuje termoelektrický súčiniteľ, jeho typická veľkosť pre kovové materiály je 10^{-4} až 10^{-5} V.K⁻¹. Toto je podstata javu objaveného v roku 1821 T. J. Seebeckom. Seebeckov jav je pozorovaný okrem kovových materiálov aj v polovodičoch. Vznik termoelektrického napätia v polovodičoch môžeme objasniť nasledovnou úvahou: Predpokladajme iba jeden polovodič, ktorého jeden koniec budeme zahrievať a druhý koniec ochladzovať, $T_1 > T_2$.



Obr. 7.16 Usporiadanie pre štúdium Seebeckovho javu

Bez ohľadu na typ polovodiča, budú jeho nosiče prúdu, tzn. elektróny aj diery, prechádzať z oblasti s vyššou teplotou do oblasti s nižšou teplotou vo väčšej miere než opačne (obr. 7.17). Príčinou uvedeného



Obr. 7.17 Vplyv teplotného gradientu na pohyb nosičov v polovodiči typu P a N

správania je vyššia kinetická energia nosičov, ktorú získali zahriatím na vyššiu teplotu. Prechod nosičov do oblasti s nižšou teplotou postupne spôsobí vytvorenie gradientu elektrického poľa, ktoré bude mať tendenciu brániť ďalšiemu pohybu nosičov z teplejšej do chladnejšej oblasti [70]. Po čase sa nastaví rovnovážny stav, kedy tok nosičov ustane. Následne, u polovodiča typu P bude teplejší koniec nabíjaný záporne a chladnejší kladne, u polovodiča typu N sa teplý koniec bude nabíjať kladne a chladnejší záporne. Z rovnice 7.61 vyplýva, že termoelektrický súčiniteľ má pre polovodič typu N a P opačné znamienko ($a_N < 0$, $a_P > 0$), takže štúdiom Seebeckovho javu je možné rozhodnúť o aký typ polovodiča sa jedná. Poznamenajme, že v prípade polovodiča so zmiešanou vodivosťou je veľkosť termoelektrického koeficientu určená koncentráciou a pohyblivosťou jednotlivých typov nosičov a je menšia ako v polovodiči s jedným typom vodivosti. Tento fakt je zrejмый, keď si uvedomíme, že

elektróny aj diery sa pri dodaní energie pohybujú v polovodiči tým istým smerom, takže výsledný priestorový náboj na koncoch polovodiča je menší ako v prípade polovodiča s jedným typom vodivosti. V limitnej situácii keď budú koncentrácie a pohyblivosti nosičov rovnaké ($n = p$, $\mu_n = \mu_p$), je priestorový náboj dier úplne kompenzovaný priestorovým nábojom elektrónov, takže nedôjde k vzniku žiadneho vnútorného poľa a tým ani k objaveniu sa termoelektrického napätia. Okrem určenia typu nosičov je možné znalosť termoelektrického súčiniteľa využiť pri štúdiu teplotnej závislosti Fermiho energie. Z teórie vyplýva, že termoelektrický súčiniteľ pre nedegenerovaný polovodič typu N je určený rovnicou

$$\alpha_N = -\frac{k_B}{e} \left[\left(\frac{5}{2} - s \right) + \frac{E_C - E_F}{k_B T} \right]. \quad (7.62)$$

Pokiaľ sa obmedzíme na teplotnú oblasť, v ktorej dominuje jediný druh rozptylu, parameter s bude konštantný a preskúmaním teplotnej závislosti α_N je možné z rovnice 7.62 určiť teplotnú závislosť Fermiho energie. Navyiac, s uvažovaním vzťahu 7.6a môžeme rovnicu 7.62 prepísať nasledovne

$$\alpha_N = -\frac{k_B}{e} \left[\left(\frac{5}{2} - s \right) + \ln \frac{N_c}{n} \right]. \quad (7.63)$$

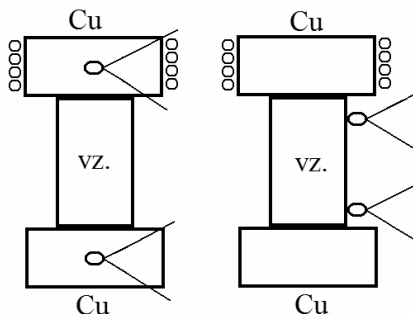
Koncentráciu n elektrónov môžeme určiť pomocou štúdia Hallovoho javu (pozri vzťah 7.35), takže pre α_N možno uviesť

$$\alpha_N = -\frac{k_B}{e} \left[\left(\frac{5}{2} - s \right) + \ln \frac{e R_H}{r_H} N_c \right]. \quad (7.64)$$

Na základe znalosti teplotnej závislosti Hallevej konštanty a termoelektrického súčiniteľa je možné určiť efektívnu hustotu stavov, ktorá v sebe obsahuje informáciu o efektívnej hmotnosti nosičov (pozri vzťah 7.6b). Poznamenajme, že obdobným spôsobom je možné postupovať pri štúdiu nedegenerovaného polovodiča typu P.

Experimentálne určenie termoelektrického súčiniteľa vyžaduje zmerať teplotný rozdiel medzi dvoma materiálmi a následne napätový rozdiel medzi nimi. V experimentálnej praxi sa obvykle volí relatívny teplotný rozdiel na úrovni niekoľkých percent z priemernej teploty vzorky. Pri štúdiu Seebeckovho javu zvyčajne používame vzorku v tvare hranolčeka na ktorý sú nakontaktované dva kovové, najčastejšie medené, bloky. Na vytvorenie požadovaného teplotného rozdielu je okolo jedného z blokov navinutý odporový drôt, ktorý je použitý ako ohrievač. Na upevnenie termočlánkov pre meranie teplotného rozdielu je možné zvoliť dva prístupy. Termočlánky môžeme pripojiť na dvojicu kovových blokov, ktoré v tomto prípade budú slúžiť

ako elektródy (obr. 7. 18). Tento prístup je vhodný ak tepelný odpor kontaktu medzi kovovým blokom a vzorkou je menší ako je tepelný odpor samotnej vzorky. Pokiaľ

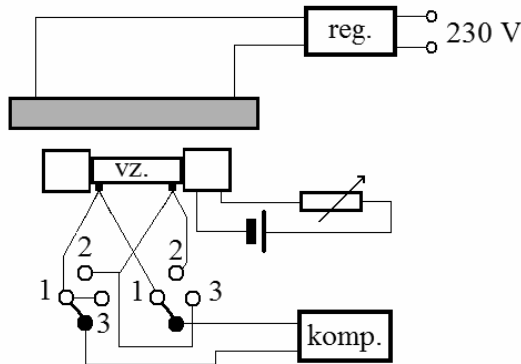


Obr. 7.18 Schematické znázornenie možných usporiadaní pre štúdium Seebeckovho javu

uvedená podmienka nie je splnená, dopúšťame sa pri meraní chyby, pretože k zmeranému teplotnému rozdielu bude prispievať predovšetkým teplotný spád na rozhraniach medzi vzorkou a kovovými blokmi. Druhý prístup využíva umiestnenie termočlánkov priamo na vzorke, kde sa meria teplotný rozdiel medzi dvoma bodmi vzorky, pričom tok tepla opäť prechádza z jedného kovového bloku do vzorky a následne do druhého kovového bloku. Načrtnuté usporiadanie predstavuje analógiu so štvorbodovou metódou merania elektrického odporu. Korektné meranie teplotného rozdielu vyžaduje kvalitný tepelný kontakt medzi termočlánkom a vzorkou ako aj tzv. tepelné kotvenie prívodných vodičov. Vodič je tepelne ukotvený, ak sú jeho obidva konce udržiavané na rovnakej teplote ako je teplota, ktorú meria termočlánok. Pri splnení uvedenej podmienky nebude z/do termočlánku odvádzaný/privádzaný žiadny tepelný výkon po prívodnom vodiči. Ďalším dôležitým faktorom ovplyvňujúcim presnosť merania je teplota okolia, ktorá by mala byť udržiavaná taktiež na rovnakej hodnote ako je teplota vzorky. Splnenie tejto podmienky výrazne potlačí tepelnú výmenu medzi vzorkou a jej okolím prostredníctvom radiácie a vedením tepla vzduchom prípadne iným plynom obklopujúcim vzorku.

Tepelná závislosť termoelektrického napätia sa obvykle meria s využitím kompenzátora, schéma experimentálneho usporiadania je uvedená na obr. 7.19 [73]. Vzorka je umiestnená medzi dvoma kovovými blokmi, pričom na pravom bloku je navinutý odporový ohrievač. Ohrevný prúd sa odoberá z batérie, jeho veľkosť je možné regulovať potenciometrom. Priemernú teplotu vzorky regulujeme výkonovým regulátorom, ktorý napája vykurovacie teleso umiestnené v blízkosti vzorky. Hodnoty teplôt z termočlánkov ako aj

termoelektrické napätie odčítame pomocou jedného kompenzátora a dvojice trojpolových prepínačov. Ako kompenzátor môže byť použitý klasický galvanometer, alebo dostatočne citlivý voltmeter. Pri meraní



Obr. 7.19 Experimentálne usporiadanie pre meranie teplotnej závislosti termoelektrického javu

najskôr nastavíme priemernú teplotu vzorky. Po jej ustálení nastavíme ohrevný výkon ohrievača pre vytvorenie primeraného teplotného rozdielu na samotnej vzorke. Následne, postupným prepínaním spínačov do polôh 1, 2 a 3 odčítame hodnoty napätí z jednotlivých termočlánkov a termoelektrického napätia. Poznamenajme, že pre meranie v oblasti teplôt nižších ako je izbová teplota je výhodné ako chladiace médium použiť tekutý dusík, pričom doladenie teploty je možné opäť pomocou vykurovacieho telesa.

Thomsonov jav objavený v roku 1856 predstavuje ďalší z termoelektrických javov. Ak uvážime materiál s vytvoreným teplotným gradientom, ktorým preteká elektrický prúd, bude sa v tomto materiáli uvoľňovať Joulove teplo, avšak objaví sa aj ďalšie tzv. Thomsonove teplo. Thomsonove teplo môže byť uvoľňované, alebo pohlcované podľa smeru pretekajúceho prúdu. Pre veľkosť Thomsonoveho tepla uvoľneného za jednotku času jednotkovým objemom materiálu platí vzťah

$$Q_T = \tau_T j \frac{dT}{dx}, \quad (7.65)$$

kde dT/dx predstavuje teplotný spád, j je veľkosť prúdovej hustoty a τ_T je tzv. Thomsonov súčiniteľ. Dá sa ukázať, že medzi súčinitelmi τ_T a a_N platí vzťah

$$\tau_T = T \frac{\partial \alpha_N}{\partial T}. \quad (7.66)$$

Poznamenajme, že Thomsonov jav sa v technickej praxi veľmi nevyužíva, pretože obvykle je Joulovo teplo väčšie ako Thomsonovo, takže materiál sa ohrieva bez ohľadu na smer pretekajúceho prúdu.

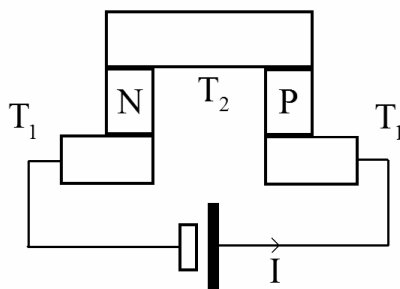
V roku 1834 objavil J. C. Peltier efekt opačný k Seebeckovmu javu, kedy dochádza k vytvoreniu tepelného výkonu vplyvom elektrického prúdu. Pre veľkosť vytvoreného tepelného výkonu dQ/dt v závislosti od veľkosti prúdu I pretekajúceho materiálom bol nájdený vzťah

$$\frac{dQ}{dt} = \Pi_{AB} I, \quad (7.67)$$

kde Π_{AB} je Peltierov súčiniteľ. Medzi súčiniteľmi Π_{AB} a α_N platí vzťah

$$\Pi_{AB} = T \alpha_N, \quad (7.68)$$

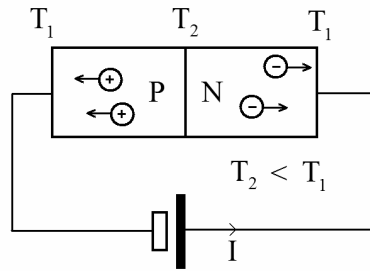
Keďže v polovodičoch je Π_{AB} podstatne väčšie ako v kovoch, bude Peltierov jav využívaný práve pre polovodičové materiály. Schéma Peltierovho článku je uvedená na obr. 7.20.



Obr. 7. 20 Schéma Peltierovho článku

Článok pozostáva z dvoch vetiev, v jednej vetve je umiestnený polovodič typu P, v druhej polovodič typu N. Oba polovodiče sú oddelené masívnym kovovým blokom, kovové bloky sa nachádzajú aj medzi oboma polovodičmi a prívodnými vodičmi [70]. Ak bude Peltierovým článkom pretekať prúd z vonkajšieho zdroja, bude sa jedna jeho časť zohrievať a druhá ochladzovať, podľa smeru pretekajúceho prúdu. Mechanizmus ohrevu, resp. ochladzovania je možné objasniť pomocou zjednodušenej schémy článku uvedenej na obr. 7.21. Pokiaľ pripojíme kladný pól vonkajšieho zdroja na polovodič typu N a záporný pól na polovodič typu P ako je to uvedené na obr. 7.21, budú sa elektróny aj diery pohybovať smerom od miesta

spojenia oboch polovodičov. V mieste spojenia musia teda vznikáť páry elektrón diera.



Obr. 7.21 Zjednodušená schéma Peltierovho článku

Na ich vytvorenie je potrebná energia, ktorá je odoberaná na úkor vnútornej energie, takže spoj sa bude ochladzovať. Pri opačnej polarite prúdu budú oba druhy nosičov prichádzať k spoju, tam dôjde k ich rekombinácii, čo bude mať za následok uvoľňovanie energie a následný ohrev spoja. Peltierov jav je v technickej praxi často využívaný práve v chladiarenskej technike. Zariadenia využívajúce Peltierov jav sa používajú predovšetkým v mikroelektronike, zobrazovacej technike a kozmických aplikáciách.

Zoznam použitej literatúry

- [1] en.wikipedia.org/wiki/Simple:ITS_90
- [2] K. H. Bennemann and J. B. Ketterson, *Conventional and Unconventional Superconductors*, Springer – Verlag, New York, 2008.
- [3] E. S. R. Gopal, *Specific heat at low temperatures*, Heywood books, London, 1966.
- [4] J. Brož a kol., *Základy fyzikálních měření (II)*, SPN Praha 1974.
- [5] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer – Verlag, Berlin – Heidelberg, 1992.
- [6] W. F. Giague and D. P. MacDougall, J. Am. Chem. Soc. **57**, (1935) 1175.
- [7] F. Pobell, J. of Low Temp. Phys. **98**, (1992) 635.
- [8] O. Lounasmaa, *Experimental Principles and Methods below 1 K*, Academic Press, London, 1974.
- [9] G. K. White and P. J. Meesom, *Experimental Techniques in Low Temperature Physics*, Oxford University Press, 2002.
- [10] J. Rada a kol., *Elektrotepelná technika*, SNTL, Praha 1986.
- [11] P. Novák, *Základy elektrotepelnej techniky*, skriptá FEI TU, Košice, 2001.
- [12] D. S. Betts, *Refrigeration and Thermometry below 1 K*, Sussex Univ. Press, Cambridge 1989.
- [13] A. Fredi, I. Modena, Cryogenics **8**, 18 (1968).
- [14] W. Schoeppe, Physica B **165&166**, (1990) 299.
- [15] J. Jelínek, Z. Málek, *Kryogénní technika*, SNTL, Praha 1982.
- [16] T. G. Castner, W. N. Shafarman, Phys. Rev. B **60**, (1999) 14182.
- [17] V. Gröger, F. Stangler, Cryogenics **14**, (1974) 340.
- [18] D. L. Decker, H. L. Laquer, Cryogenics **9**, (1969) 481.
- [19] W. F. Schlosser, R. H. Munnings, Cryogenics **12**, (1972) 302.

- [20] A. Middendorf, *Cryogenics* **11**, (1971) 318.
- [21] W. E. Forsythe, *Phys. Rev.* **38**, (1931) 1247.
- [22] P. Petrovič, *Automatizácia a riadenie experimentu*, skriptá UPJŠ Košice 1989.
- [23] Temperature controller BTI 1000, instruction manual.
- [24] J. Groszkowski, *Technika vysokého vakua*, SNTL, Praha, 1981.
- [25] J. F. O'Hanlon, *A users's guide to vacuum technology*, John Wiley&Sons, New York, 1989.
- [26] R. J. Knize, J. L. Cecchi, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **1**, (1983) 1273.
- [27] H.S.Carlslaw, J.C.Jaegger, *Conduction of Heat in Solids*, Oxford, 1959.
- [28] R. J. Elsey, *Vacuum*, **25** (1975) 347.
- [29] C. E. Normand, *Trans. 8th National Vac. Symp.*, L. E. Preuss, ed., Pergamon, New York. 1961, 534.
- [30] C. M. van Atta, *Vacuum Science & Engineering*, McGraw-Hill, New York, 1965.
- [31] J. M. Lafferty, *J. Vac. Sci. Technol.*, **9** (1971) 101.
- [32] P. Fowler, P. J. Bock, *J. Vac. Sci. Technol*, **7**, (1970) 507.
- [33] F. A. White, *Mass Spectroscopy in Science and Technology*, Willey, New York, 1968, 13.
- [34] C. E. Hawk, W. C. Baker, *J. Vac. Sci. Technol.* **6**, (1969) 255.
- [35] M. H. Hablanian, J. C. Maliakal, *J. Vac. Sci. Technol.* **10** (1973) 58.
- [36] B. R. F. Kendall, *J. Vac. Sci. Technol.*, **21** (1982) 886.
- [37] P. Lukáč, V. Martišovitš, *Netesnosti vákuových systémov*, Alfa, Bratislava 1980.
- [38] A. V. Lanis, L. E. Levina, *Technika vakuumnych ispytannij*, Gosenergoizdat, Moskva, 1963.
- [39] W. Paul, D. M. Warschauer, *Rev. Sci. Instr.* **26**, (1955) 736.

- [40] J. L. Peters, *Rev. Sci. Instr.* **30** (1959), 1093.
- [41] V. Hajko, L. Potocký a A. Zentko, *Magnetizačné procesy*, Alfa, Bratislava, 1982.
- [42] J. Brož a kol. *Základy fyzikálních měření I*, SPN, Praha, 1983.
- [43] M. Mc Clintock, *Cryogenics*, Reinhold Publishing Corporation, 1964.
- [44] Operating instruction manual for superconducting magnet system, Cryomagnetics, Inc., 2003.
- [45] L. Haňka, *Teorie elektromagnetického pole*, SNTL Praha 1975.
- [46] D. Valuch, *Mikrovlnná technika 1. část*, podporný učební text, STU Bratislava 2008.
- [47] D. Valuch, *Mikrovlnná technika 2. část*, podporný učební text, STU Bratislava 2008.
- [48] A. Tirpák, *Elektronika velmi vysokých frekvencí*, Univerzita Komenského Bratislava, Bratislava 2001.
- [49] G. Megla, *Technika decimetrových vln*, SNTL Praha 1958.
- [50] Z. Brykmar, *Fyzika dielektrik*, skriptá, ČVUT Praha 1983.
- [51] A. Tirpák, *Elektromagnetismus*, Polygrafia SAV, Bratislava 1999.
- [52] J. M. Poplanko, *Fyzika dielektrikov*, Vyššaja škola, Kyjev, 1980.
- [53] A. A. Brandt, *Issledovanie dielektrikov na sverchvysokich častotach*, Mosva, 1963.
- [54] L. J. van der Pauw, L. J. Philips, *Res. Reports.* **13**, (1958) 1.
- [55] K. S. Cole, R. H. Cole, *J. Chem. Phys.* **10**, (1942) 98.
- [56] Ch. Kittel, *Úvod do fyziky pevných látek*, Academia, Praha, 1985.
- [57] R. L. Carlin, A. J. van Dyuenefeldt, *Magnetic Properties of Transition Metal Compounds*, Springer – Verlag, New York, 1977.
- [58] P. Štefányi, minimová práca, PF UPJŠ, 1988.

- [59] J. C. Lasjaunias, B. Picot, A. Ravex, D. Thouloze, and M. Vandorpe, *Cryogenics* **17**, (1977) 111.
- [60] J. Xu, C. H. Watson, and R. G. Goodrich, *Rev. Sci. Instrum.* **61**, (1990) 814.
- [61] S. Riegel, G. Weber, *J. Phys. E.: Sci. Instrum.* **19** (1986) 790.
- [62] P. F. Sullivan and G Seidel, *Phys. Rev.* **173**, (1968) 679.
- [63] G. Höhne, W. Hemminger, H. J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, Springer – Verlag, Berlin, 2003.
- [64] H. Enichlmair and H. Krenn, *Linear and Nonlinear Integrated Optics*, EuroOpto Series, vol. 2212, Lindau, (1994) 638.
- [65] D. J. Scatena, G. L. Herit, and H. E. Reedy, *Rev. Sci. Instrum.* **61**, (1990) 2412.
- [66] J. Krempaský, *Fyzika*, SNTL, Praha 1982.
- [67] Š. Jánoš, *Fyzika nízkých teplot*, Alfa, Bratislava, 1980.
- [68] T. M. Tritt, *Thermal conductivity, Theory, Properties and Applications*, Springer – Verlag, Berlin, 2004.
- [69] K. V. Šalimovová, *Fyzika polovodičů*, SNTL, Bratislava, 1978.
- [70] M. Svoboda, V. Navrátil, J. Štenberk, *Fyzika pevných látek II*, skriptá, Univerzita Karlova, Praha, 1986.
- [71] J. Krempaský, *Polovodiče*, skriptá SVŠT Bratislava, 1962.
- [72] P. Kratochvíl, R. Kužel, *Úvod do fyziky pevných látek II*, SPN, Praha, 1978.
- [73] R. Kužel a kol., *Praktikum fyziky pevných látek II*, Universita Karlova, SPN, Praha, 1972.
- [74] P. Vašina, *Čs. čas. Fyz.* **16**, (1966), 116.

ZÁKLADY EXPERIMENTÁLNYCH METÓD VO FYZIKE KONDENZOVANÝCH LÁTOK

Vysokoškolská učebnica

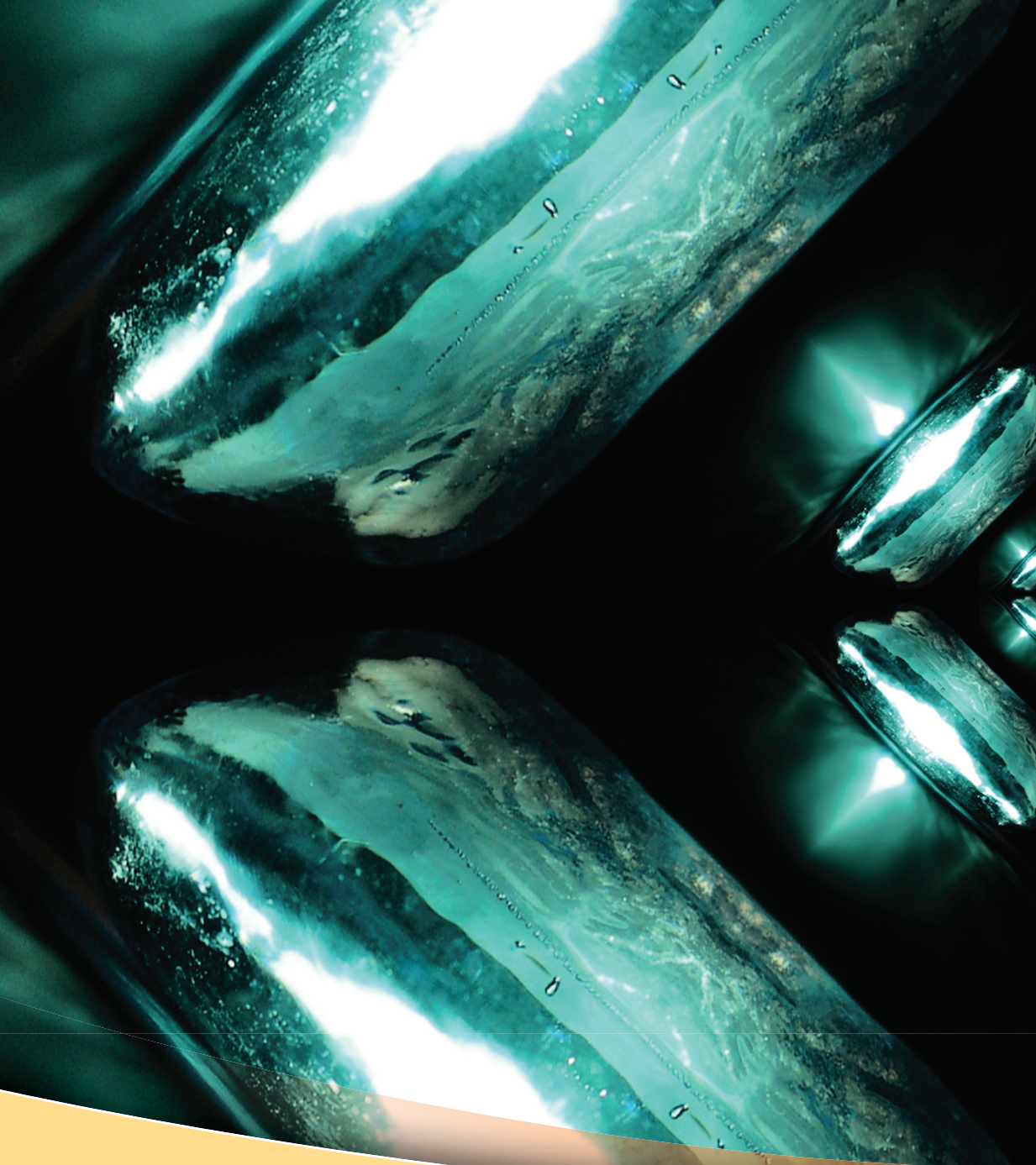
Autor: doc. Ing. Martin Orendáč, CSc.

Recenzenti: RNDr. Natália Tomašovičová, CSc.
doc. RNDr. Ladislav Novák, CSc.

Vydavateľ: Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach
Odborné poradenstvo: Univerzitná knižnica UPJŠ v Košiciach
<http://www.upjs.sk/pracoviska/univerzitna-kniznica>

Rozsah strán: 196
Vydanie: prvé

ISBN 978-80-7097-871-9



ISBN 978-80-7097-871-9



9 788070 978719