

Анатичук Л.І.<sup>1,2</sup>, Гаврилюк М.В.<sup>1</sup>, Лисько В.В.<sup>1</sup>, Тюменцев В.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Інститут термоелектрики НАН і МОН України, вул. Науки, 1, Чернівці, 58029, Україна;

<sup>2</sup>Чернівецький національний університет ім. Юрія Федьковича,  
вул. Коцюбинського, 2, Чернівці, 58000, Україна

## АВТОМАТИЗОВАНИЙ ВИМІРЮВАЛЬНИЙ КОМПЛЕКС «АЛТЕК-10003» ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕРМОЕЛЕКТРИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ЗЛИТКІВ МАТЕРІАЛІВ

*Показано результати розробки автоматизованої системи «АЛТЕК-10003», призначеної для автоматизації процесу вимірювань властивостей термоелектричних матеріалів у вигляді стрижнів і обробки їх результатів. Блок керування містить багатоканальний аналогово-цифровий перетворювач, систему переміщення вимірювальних зондів, систему терморегулювання і джерела живлення елементів вимірювального блока. Управління процесом вимірювань, обробка та відображення результатів здійснюється за допомогою комп'ютера, до якого блок вимірювань підключається по стандартному каналу USB. Результати відображаються у вигляді графіків і таблиць.*

*Наведено приклади використання розробленої системи управління вимірювальною системою для визначення розподілів термоелектричних властивостей матеріалу в стрижнях, а також аналіз точності та відтворюваності результатів.*

**Ключові слова:** електропровідність, термоЕРС, теплопровідність, похибка, термоелектричний матеріал, автоматизація.

*The results of development of automated system "ALTEC-10003" intended for automation of the process of measuring the properties of thermoelectric material shaped as rods and data processing are presented. Control unit comprises a multi-channel analog-digital converter, measuring probes travel system, thermal control system and power supplies for measuring unit components. Measurement process control, processing and display of the results are done with the aid of computer to which measuring unit is connected via standard USB channel. The results are displayed as plots and tables.*

*Examples of using the elaborated measuring system control to determine the distributions of material thermoelectric properties in the rods, as well as the analysis of precision and reproducibility of the results are presented.*

**Key words:** electric conductivity, thermoEMF, thermal conductivity, error, thermoelectric material, automation.

### Вступ

*Загальна характеристика проблеми*

Найкращими матеріалами, які використовуються у термоелектричних модулях для холодильної техніки, нині залишаються з'єднання вісмуту ( $Bi_2Te_3$ ,  $Bi_2Se_3$ ,  $Bi_2Sb_3$ ) та їх тверді розчини. Для отримання таких термоелектричних матеріалів у промислових умовах поширеними методами є зонна перекристалізація та екструзія [1]. У першому випадку, внаслідок сегрегації домішок в процесі вирощування та інших факторів, отриманий матеріал є

неоднорідним, особливо на кінцях стрижнів. Для екструдованого матеріалу також характерні значні спотворення однорідності на початку стрижня, коли умови процесу ще не стабілізувались.

Тому важливу роль при виготовленні модулів відіграє контроль якості термоелектричного матеріалу. При цьому одне з найважливіших завдань у створенні обладнання для контролю якості – його швидкодія та незалежність від суб'єктивних факторів. Для цього є корисною повна автоматизація процесів вимірювання.

*Аналіз літератури.* Вибір матеріалу з необхідними властивостями в лабораторних умовах зазвичай здійснюється шляхом вимірювання розподілів електропровідності і термоЕРС уздовж злитка.

В основу визначення електропровідності покладено двозондовий метод вимірювання, за якого струм пропускається через торцеві поверхні злитка, а електричний потенціал на його поверхні вимірюється двома рухомими зондами з відомою відстанню між ними [2, 3]. Електропровідність обчислюється за значеннями струму і різниці потенціалів між зондами з урахуванням геометричних розмірів (площі перерізу злитка і відстані між зондами). Такий метод вважається загально визнаним для дослідження стрижнів напівпровідникового матеріалу (міжнародний стандарт SEMI MF397-02 «Test Method for Resistivity of Silicon Bars Using a Two-Point Probe»).

В основу визначення коефіцієнта термоЕРС покладено метод гарячого зонда [4]. Один з двох зондів нагрівається відносно іншого і при контакті зі злитком між ними виникає термоЕРС. Коефіцієнт термоЕРС обчислюється як відношення утвореної термоЕРС до різниці температур між зондами.

Для підвищення продуктивності експрес-вимірювань електропровідність і термоЕРС вимірюють в одному циклі, за одного опускання зондів, один з яких нагрітий (рис. 1). Для виключення термоЕРС при обчисленні електропровідності вимірювання здійснюються за двома напрямками струму або на знакозмінному прямокутному меандрі струму.

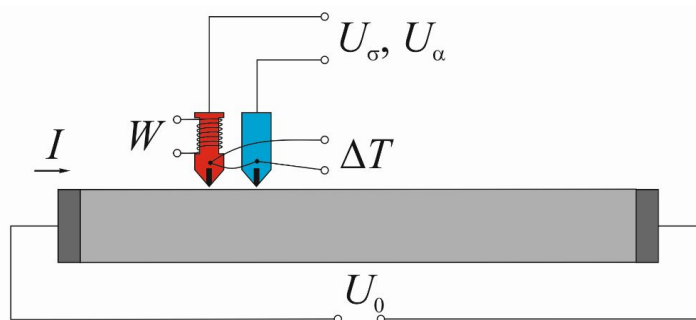


Рис. 1. Схема вимірювання електропровідності і термоЕРС злитків.

В Інституті термоелектрики НАН і МОН України було здійснено серію досліджень, спрямованих на створення високоточних методів та обладнання для вимірювання властивостей злитків термоелектричних матеріалів. Результатами цих досліджень стали нові фізичні методи зменшення похибок вимірювань і обладнання на їх основі для точного вимірювання електропровідності і термоЕРС матеріалів у вигляді злитків [5 – 9]. Досягнуті похибки розробленого обладнання такі: електропровідності – до 1 %, термоЕРС – до 1.5 %. Створено також методику визначення теплопровідності злитків у динамічних умовах.

Для злитка довжиною 300 мм з кроком в 10 мм при чотирьох кутах повороту злитка необхідно провести понад сто вимірювань. Під час позиціонування зондів і проведення

вимірювань вручну для повного циклу вимірювань може знадобитися до чотирьох годин. Крім того, в цьому випадку можливі суб'єктивні помилки в роботі оператора при позиціонуванні зондів, зчитуванні показів приладів, розрахунках, побудові графіків тощо.

Тому особливо важливим завданням при розробці такого обладнання є автоматизація процесу вимірів, що дає можливість не тільки уникнути виникнення суб'єктивних похибок, але і значно підвищити швидкість вимірювань. Автоматизація також сприяє ідентичності умов вимірювань, а значить і підвищенню точності вимірювань.

*Мета роботи* – створення системи керування вимірюваннями і переміщенням зондів для автоматизації процесів визначення термоелектричних властивостей матеріалів, обробки і відображення їх результатів.

### Опис конструкції вимірювального обладнання

Вихідними при розробці автоматизованого вимірювального обладнання були такі основні технічні вимоги: довжина злитків – 50 – 400 мм, їх діаметр – 6 – 30 мм; мінімальна дискретність відліку координати вздовж осі злітка – 0.1 мм; мінімальна дискретність відліку кута повороту злітка – 1 градус. Установка повинна працювати під управлінням комп'ютера, яким встановлюється завдання на вимірювання, необхідні обчислення та їх усереднення, будуються графіки, заповнюються таблиці, зберігаються і друкуються результати.

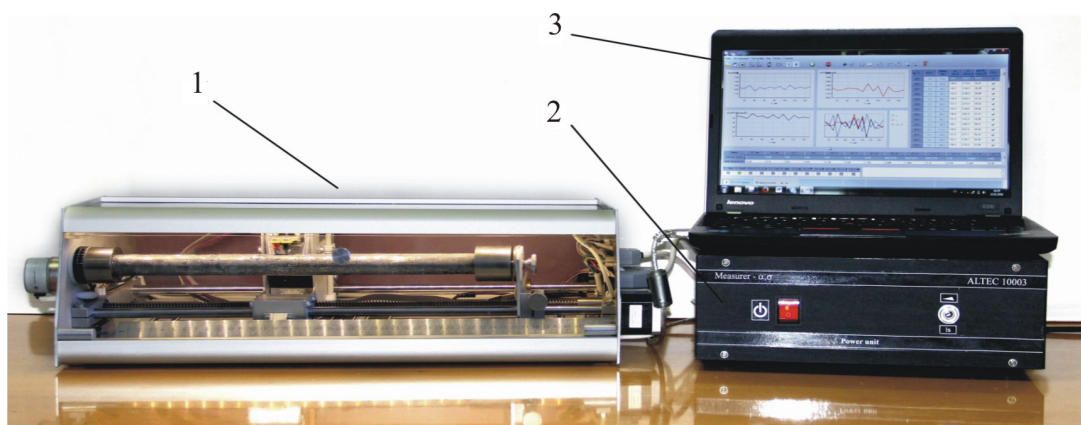


Рис. 2. Установка для вимірювання термоелектричних параметрів стрижнів напівпровідникового матеріалу «АЛТЕК-10003».

1 – вимірювальний блок (держак стрижнів); 2 – блок керування;  
3 – комп'ютер з програмним забезпеченням.

Конструкцією передбачені сталість відстані між зондами, температури гарячого зонда, зусилля притиску зондів до зразка, однаковий час при вимірюванні термоЕРС і час подачі струму при вимірюванні електропровідності. Для забезпечення однакових температурних умов вимірювань у блоці установки передбачена система термостабілізації з можливістю підігріву на 5 – 10 градусів вище кімнатної температури.

Весь процес вимірювання управляється за допомогою комп'ютерних програм високого рівня, які працюють разом з мікропрограмами низького рівня АЦП блока управління.

Зовнішній вигляд такої установки – «АЛТЕК-10003» – наведено на рис. 2. Вона складається з трьох блоків: вимірювального – держака стрижнів, блока керування та комп'ютера. На рис. 3 наведено її блок-схема.

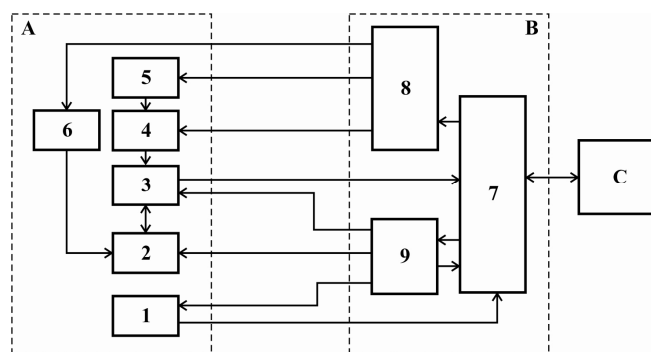


Рис. 3. Блок-схема установки «АЛТЕК-10003» для вимірювання термоелектричних властивостей стрижнів матеріалу.

*A* – вимірювальний блок, *B* – блок керування, *C* – комп’ютер;

1 – термостат корпусу, 2 – стрижень термоелектричного матеріалу, 3 – вимірювальні зонди, 4 – механізм переміщення зондів, 5 – механізм переміщення каретки, 6 – механізм повороту стрижня, 7 – мікроконтролер з вбудованим АЦП, 8 – джерела живлення та драйвери крокових двигунів, 9 – вимірювальний вузол.

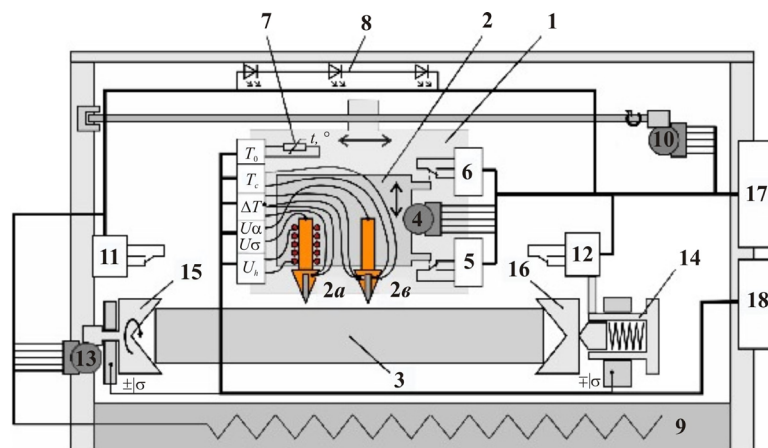


Рис. 4. Функціональна схема вимірювального блока установки «АЛТЕК-10003».

1 – рухома каретка, 2 – вимірювальний вузол, 2а – «гарячий» зонд, 2в – «холодний» зонд, 3 – стрижень термоелектричного матеріалу, 4 – кроковий двигун механізму підйому-опускання зондів, 5, 6 – кінцеві перемикачі верхнього та нижнього положення зондів, 7 – датчик температури навколишнього середовища, 8 – світлодіодна підсвітка вимірювального блока, 9 – нагрівник корпусу вимірювального блока, 10 – кроковий двигун механізму поздовжнього переміщення каретки, 11, 12 – кінцеві перемикачі механізму поздовжнього переміщення каретки, 13 – кроковий двигун механізму обертання стрижня, 14 – механізм притиску та фіксації стрижня, 15, 16 – кінцеві струмопідводи, 17, 18 – роз’єми підключення вимірювального блока до блока керування вимірюваннями.

Основним блоком в установці є вимірювальний блок, яким здійснюється весь процес первинного вимірювання і який складається з держака стрижня і вимірювальних зондів. На рис. 4 наведено його функціональну схему.

Вимірювальний блок розміщений в алюмінієвому корпусі з передньою прозорою відкидною кришкою, який, крім конструктивного несучого елемента виконує функцію і термостата. У його дні розміщені нагрівальні елементи, що дають можливість підтримувати температуру повітря всередині корпусу на рівні 300 К. При вимірюванні стрижень термоелектричного матеріалу встановлюється в держак, який складається з двох співвісних

струмопідводів, один з яких (правий) є рухомих вздовж осі стрижня і має елементи його притиску і фіксації.

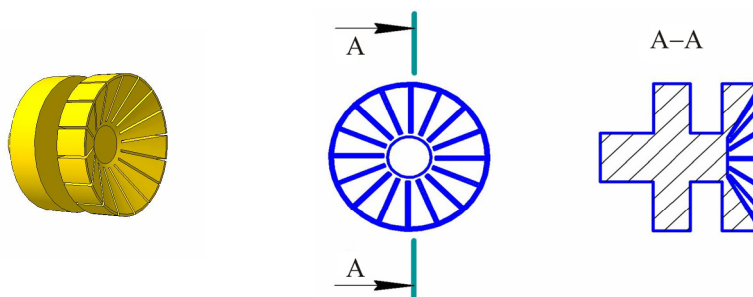


Рис. 5. Вигляд та конструкція струмопідводів.

Для самоцентрування стрижнів струмопідводи зроблені у вигляді розрізаних конусів (рис. 5). Вони мають радіальні пази, які розділяють притискну поверхню на 16 секторних частин, якими забезпечується контакт з реальною формою торців стрижня. Цим забезпечується як мінімум 16 точок електричного контакту для кожного торця стрижня з струмопідводами. На бічних стінках корпусу змонтовані механізми поздовжнього переміщення вимірювальних зондів і повороту самого стрижня навколо своєї осі.

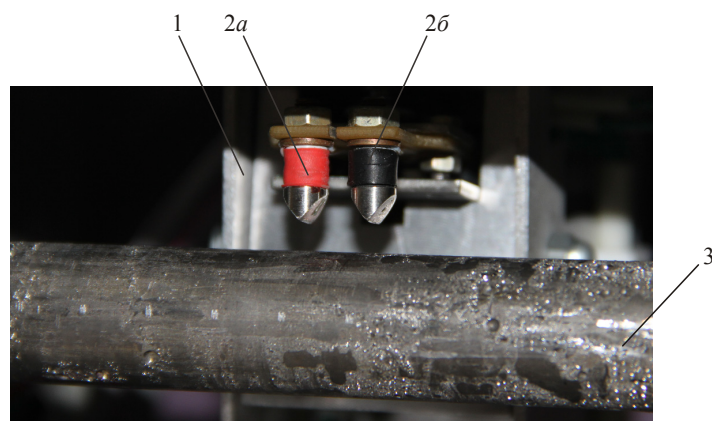


Рис. 6. Вимірювальний вузол.

1 – рухома каретка, 2а – «гарячий» зонд, 2б – «холодний» зонд, 3 – злиток.

Вимірювальний вузол встановлено на рухомій каретці (рис. 6). На ній розташована вимірювальна головка з двома зондами. Вона призначена для здійснення електричних і температурних вимірювань і містить два жорстко закріплених ножеподібних зонди: один з підігрівом – «гарячий зонд» (2а), другий без підігріву – «холодний зонд» (2б). Для зменшення похибок у визначенні температури зони контакту зонду з поверхнею стрижня зонди виготовлені з матеріалу з високою теплопровідністю (міді). Для збільшення зносостійкості в зонди вмонтовано ножеподібні вольфрамові пластини.

У каретці розташовано також механізм підйому-опускання зондів, який складається з крокового двигуна з редуктором та кінцеві вимикачі верхнього та нижнього положення зондів.

Автоматизація процесу вимірювань здійснюється блоком керування, який управляє переміщенням зондів у вимірювальному блоці, забезпечує стабілізованими напругами і струмами елементи електричної схеми вимірювального блоку. Вимірювання напруг та термоЕРС здійснюється за допомогою 8-канального 24-розрядного АЦП, що передає виміряні



напруги по USB інтерфейсу до комп'ютера. Блок керування містить вимірювальний вузол, мікроконтролерний вузол та силовий вузол. Елементи силового вузла для управління кроковими двигунами складаються з трьох однакових драйверів крокових двигунів, якими переміщуються вимірювальні зонди в горизонтальному і вертикальному напрямках та повертається стрижень.

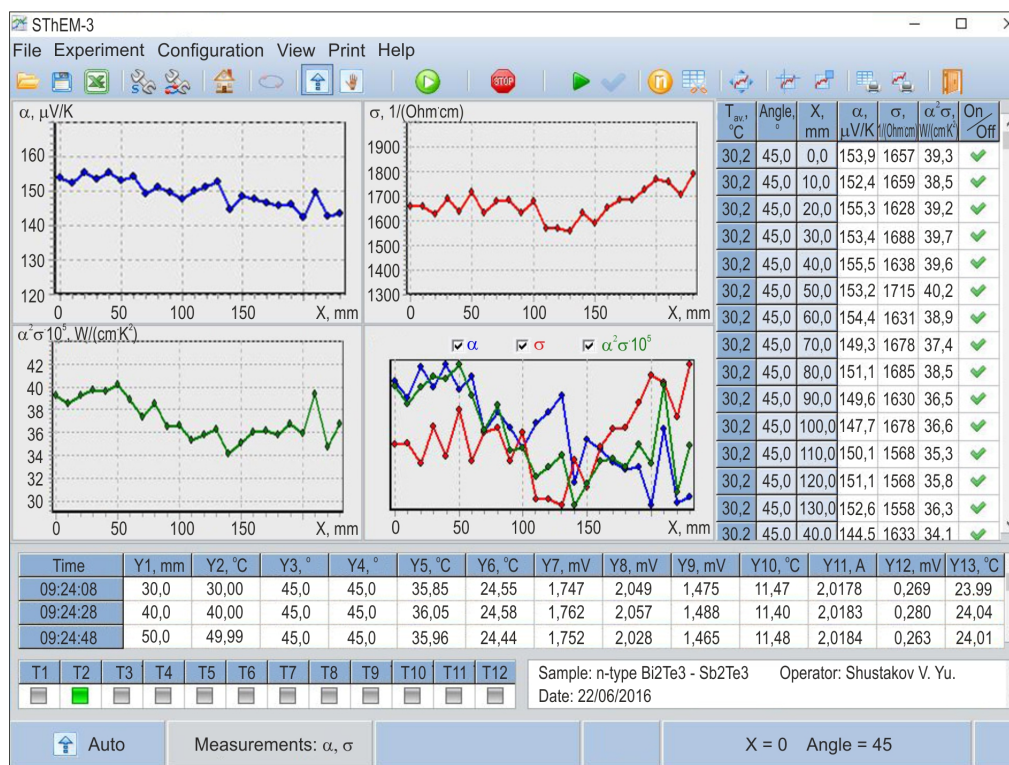


Рис. 7. Головне вікно програми керування вимірюваннями «SThEM-3».

Установка управляється комп'ютером з програмним забезпеченням «SThEM-3» (Semiconductor ThermoElectric Material), розробленим сумісно з НПП «Терекс» (м. Київ, Україна). Програма дає можливість виконувати вимірювання в режимі реального часу, обробляти результат вимірювання, виводити дані на екран у вигляді графіків і таблиць, зберігати їх на комп'ютері, експортувати в MS Excel, роздруковувати.

Програма керування вимірюваннями «SThEM-3» має стандартну структуру, прийнятну в операційній системі Windows. Вигляд головного вікна програми наведено на рис. 7. Воно містить засоби управління процесом вимірювання (кнопки виклику вікон налаштування експерименту, індикатори включення/виключення струму через зразок, живлення нагрівника гарячого зонда, тощо), область побудови графіків результатів вимірювань, таблиці з вимірними величинами та розраховані значення властивостей стрижня. Також відображається інформація про стрижень, що внесена самим оператором.

Програмне забезпечення дає можливість працювати в «ручному» і «автоматичному» режимах.

У «ручному» режимі користувач має можливість встановити зонди в будь-якому місці досліджуваного стрижня, провести вимірювання і обчислення з прив'язкою до координат стрижня. В «ручному» режимі також може бути здійснено визначення теплопровідності злитка. Для цього на одному з торців стрижня потрібно розмістити спеціальний пристрій, конструкцію якого наведено на рис. 8.

Пристрій складається з еталонного нагрівача зразка 3, стрижня з термоелектричного матеріалу 6 з встановленими термопарами-зондами 4. Для зменшення теплових втрат та забезпечення відтворення однакових теплових умов під час вимірювань пристрій забезпечено екранним нагрівачем 1, диференціальною «нуль-термопарою» 2 і екранною трубкою 5.

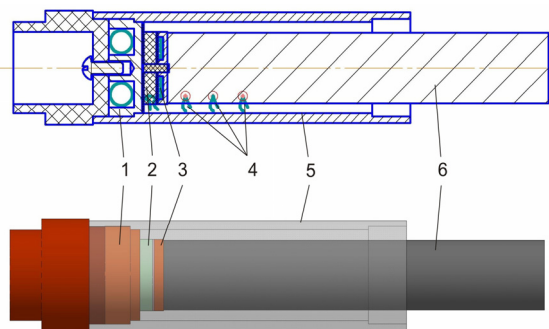


Рис. 8. Конструкція пристрою для вимірювання теплопровідності.

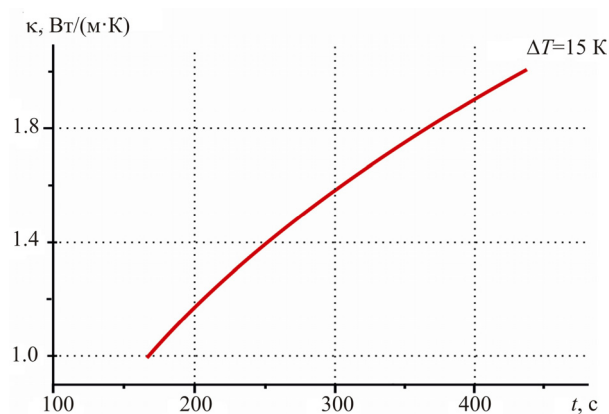


Рис. 9. Градувальна залежність для визначення теплопровідності.

Градувальну залежність, отриману комп'ютерним моделюванням для заданої конструкції пристрою, наведено на рис. 9.

У «Автоматичному» режимі користувач формує завдання у вигляді таблиці координат, за якими установка автоматично виконує за заданою циклограмою серію вимірів, обчислює електрофізичні параметри матеріалу з прив'язкою їх до координат стрижня.

Результат обчислень заноситься в таблицю і одночасно будується графік залежності величини від координати виміру. В таблиці можна усереднити результати по всіх кутах повороту, зберегти і роздрукувати таблиці і графіки.

Необхідно відзначити, що апаратна і програмна частини установки розроблена з можливістю робити вимірювання як на стрижнях, так і на плоских зразках будь-яких розмірів, наприклад, дисках. Для цього потрібно тільки змінити держак зразка і встановити відповідні коефіцієнти в програмному забезпеченні.

### Експериментальні дослідження автоматизованого обладнання «АЛТЕК-10003» для вимірювання властивостей злитків термоелектричних матеріалів

Спільно з Державним підприємством «Буковинастандартметрологія» було розроблено і затверджено програму і методику метрологічної атестації установки «АЛТЕК-10003». Встановлено, що відносна похибка під час вимірювання електропровідності – не більша 0.5 %,

при вимірюванні термоЕРС – не більша 1 %, що відповідає очікуваним значенням, отриманим за допомогою комп'ютерного моделювання.

Також було визначено швидкодію та продуктивність обладнання. Встановлено, що одне вимірювання займає 20 секунд. Відповідно для вимірювання стрижня довжиною 30 см при чотирьох кутах його оберту і при кроці 10 мм необхідно 40 хвилин.

*Таблиця*

*Порівняння значень теплопровідності, отриманих за допомогою установки «АЛТЕК-10003», зі значеннями теплопровідності, отриманими абсолютним методом на установці «АЛТЕК-10001»*

№ стрижня з/п	Значення теплопровідності, визначене на установці «АЛТЕК-10003», к, Вт/(м*К)	Значення теплопровідності, визначене на установці «АЛТЕК-10001», к <sub>0</sub> , Вт/(м*К)	Відхилення, %
<i>Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> – Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> n-типу</i>			
1	1.8	1.93	7.0
2	1.4	1.54	9.1
3	1.6	1.74	8.0
<i>Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> – Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> p-типу</i>			
4	1.6	1.77	9.6
5	1.7	1.85	8.0
6	1.8	1.93	6.7

Здійснено також дослідження похибки при визначенні теплопровідності. Для цього значення теплопровідності, отримані при вимірюванні на стрижнях, порівнювались зі значеннями теплопровідності зразків, вирізаних з цих же стрижнів та виміряних на установці «АЛТЕК-10001» абсолютним методом. Результати порівняння наведено в таблиці.

Як видно з таблиці, похибка у визначенні теплопровідності на установці «АЛТЕК-10003» відрізняється від вимірювань абсолютним методом на 7 – 10 %.

Системні автоматизовані вимірювання стрижнів корисні для оптимізації складу та режимів отримання термоелектричних матеріалів.

Застосування такого обладнання особливо привабливе у промислових умовах. Однією установкою «АЛТЕК-10003» може бути здійснено за рік контроль якості майже 1500 кг термоелектричного матеріалу. Упровадження такого контролю дає можливість не тільки видалити з технології виготовлення модулів браковані стрижні. Визначення  $\alpha^2\sigma$  вздовж стрижнів робить можливим надійно і з мінімальними втратами знайти місця неякісного матеріалу на їх кінцях, які підлягають видаленню. Топографія  $\alpha^2\sigma$  дає можливість також визначити місця на стрижнях, де якість матеріалу висока, середня або понижена. З урахуванням однакових значень електропровідності така розбраковка робить можливим вибирати термоелектричний матеріал для модулів підвищеної, середньої та пониженої якості. При цьому модулі підвищеної якості мають мати кращі показники, ніж виготовлені без використання автоматизованого контролю якості.

Використання автоматизованого комплексу «АЛТЕК-10003» у виробничих умовах підтвердило його ефективність. Дослідження здійснювались в компанії «Алтек-М». Типові залежності властивостей стрижнів наведено на рис. 10. На рисунку спостерігається частина злитка 1 з максимальним значенням  $\alpha^2\sigma$ , частина 2 зі значеннями  $\alpha^2\sigma$ , що відповідають усередненим значенням якості модулів без розбраковки, частини 3, у яких значення  $\alpha^2\sigma$  дещо нижчі, ніж усереднені, та частини 4 з незадовільними значеннями  $\alpha^2\sigma$ . Останні вилучаються з



технологічного процесу виготовлення модулів. Такий розподіл матеріалу за його якістю забезпечує виготовлення модулів зі значеннями  $\Delta T_{\max}$  75 – 73 К з частини злитку 1, 72 – 70 К з частини 2 і 69 – 68 К з частини 3.

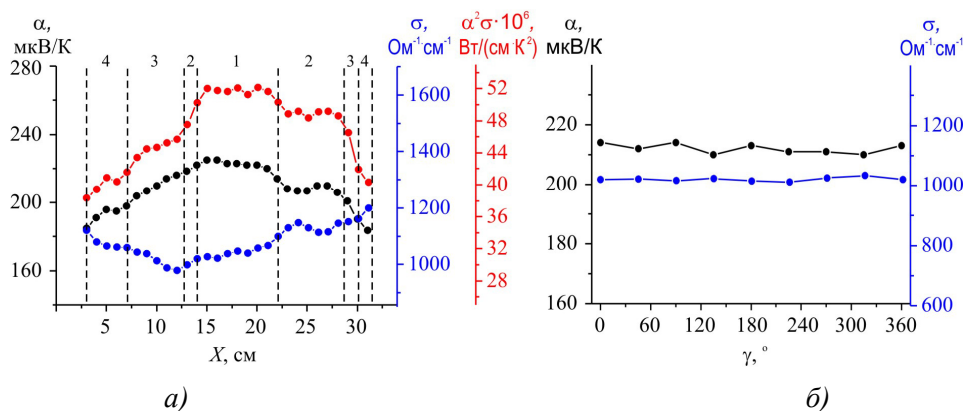


Рис. 10. Розподіли коефіцієнта термоЕРС та електропровідності у стрижні термоелектричного матеріалу n-типу на основі твердого розчину  $\text{Bi}_2\text{Te}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ , отриманого методом вертикальної зонної плавки (а – по довжині  $X$  стрижня, б – по куту повороту  $\gamma$  стрижня).

Таким чином, використання автоматизованих вимірювань у промисловому виготовленні модулів дає можливість отримувати модулі підвищеної якості і відбраковувати неякісний матеріал.

## Висновки

1. Державною метрологічною атестацією автоматизованого вимірювального комплексу «АЛТЕК-10003» встановлено, що відносна похибка при вимірюванні електропровідності не більша 0.5 % і не більшою 1 % при вимірюванні термоЕРС, що відповідає значенням, отриманим за допомогою комп'ютерного моделювання.
2. Шляхом порівняння результатів вимірювань теплопровідності злитків термоелектричних матеріалів на установці «АЛТЕК-10003» зі значеннями теплопровідності зразків, вирізаних з цих злитків та виміряних на установці «АЛТЕК-10001», абсолютним методом було встановлено, що похибка визначення теплопровідності розробленим пристроєм знаходиться в межах 7 – 10 %.
3. Підтверджено ефективність використання вимірювального комплексу «АЛТЕК-10003» у виробничих умовах. Встановлено, що впровадження автоматизованого контролю якості матеріалу робить можливим не тільки вилучати з технологічного процесу виготовлення модулів неякісний матеріал, а й отримувати модулі підвищеної якості – з  $\Delta T_{\max}$  орієнтовно на 2 – 4 К вище.

## Література

1. Гольцман Б.М. Полупроводниковые термоэлектрические материалы на основе  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ . / Б.М. Гольцман, В.А. Кудинов, И.А.М. Смирнов // М.: Наука, 1972. – 320 с.
2. Епремян А.О. Добротность современных полупроводниковых термоэлектрических материалов / А.О. Епремян, В.М. Арутюнян, А.И. Ваганян // Альтернативная энергетика и экология. – 2015. – №5. – С. 7 – 18.

3. Анатычук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства. / Л.И. Анатычук // К.: Наук. думка, 1978. – 768 с.
4. Методы измерения характеристик термоэлектрических материалов и преобразователей. / А.С. Охотин, А.С. Пушкарский, Р.П. Боровикова [и. др.] // М. : Наука, 1974. – 167с.
5. Зондовый метод определения ТЭДС эпитаксиальных пленок / Л.И.Анатычук, О.Я. Лусте, В.Т. Димитрашук, А.П. Мельник [и. др.] // ПТЭ. – 1971. – №2. – С. 239 – 240.
6. Разиньков В.В. Обладнання для визначення параметрів злитків термоелектричних матеріалів / В.В. Разиньков // Термоелектрика. – 2002. – №4. – С. 70 – 79.
7. Анатичук Л.І. Високоточний метод вимірювання електропровідності стрижнів термоелектричних матеріалів / Л.І. Анатичук, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2008. – №1. – С. 70 – 75.
8. Anatyshuk L.I., Havrylyuk N.V., Lysko V.V. Methods and equipment for quality control of thermoelectric materials // Journal of Electronic Materials. – 2012. – Vol. 41. – № 6. – P. 1680 – 1685.
9. Автоматизоване обладнання для вимірювання властивостей стрижнів термоелектричних матеріалів / Л.І. Анатичук, М.В. Гаврилюк, В.В. Лисько [і. інш.] // Термоелектрика. – 2015. – №4. – С. 83 – 88.
10. Патент України №38470. МПК G01R 27/00 / Анатичук Л.І., Лисько В.В. Заявка від 11.08.2008. Опубл. 12.01.2009, Бюл. №1.

Надійшла до редакції 10.02.2016.