

УДК 53.082

Лисько В.В. канд. фіз.-мат. наук^{1,2}



Лисько В.В.

¹Інститут термоелектрики НАН і МОН України, вул. Науки, 1,
Чернівці, 58029, Україна, e-mail: anatysh@gmail.com;

²Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича,
вул. Коцюбинського 2, Чернівці, 58012, Україна
e-mail: anatysh@gmail.com

ПРО ПОХИБКИ ВИМІРЮВАННЯ ЕЛЕКТРОПРОВІДНОСТІ ЗРАЗКІВ ТЕРМОЕЛЕКТРИЧНИХ МАТЕРІАЛІВ ДВОЗОНДОВИМ МЕТОДОМ

Представлено результати комп'ютерних досліджень похибок, які виникають при вимірюванні електропровідності за допомогою двозондового методу. Визначено умови мінімізації похибок вимірювання електропровідності, пов'язаних з неоднорідністю густини струму у зразку. Досліджено можливість зменшення похибок вимірювання електропровідності, пов'язаних з неоднорідністю густини струму у зразку, за допомогою металевих шарів, нанесених на торці зразка. Досліджено похибки вимірювання електропровідності, викликані впливом ефекту Пельтьє, визначено умови їх мінімізації. Бібл. 7, Рис. 1505.

Ключові слова: електропровідність, ефект Пельтьє, похибка, термоелектричний матеріал.

Вступ

Загальна характеристика проблеми.

Важливу роль при розробці та виготовленні термоелектричних перетворювачів енергії, а також приладів на їх основі, відіграє контроль якості вихідного термоелектричного матеріалу. Він здійснюється шляхом визначення термоелектричних параметрів матеріалу – електропровідності, теплопровідності, термоЕРС та добротності. При цьому найкращими, з точки зору точності вимірювань, є комплексні вимірювання всіх цих параметрів на одному зразку. Такі вимірювання можуть бути реалізовані з використанням абсолютного методу [1].

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

Аналіз літератури.

У роботах [4, 5] розглянуто основні джерела похибок двозондового методу для випадку довгих стрижнів (злитків) термоелектричного матеріалу:

- неоднорідність густини струму у злитку через підведення струму до торця злитка не рівномірно по всій його поверхні, а тільки в місцях контакту з струмопідводами;

- неізотермічні умови, викликані впливом ефектів Пельтьє і Джоуля, а також теплообміном з навколишнім середовищем.

З цим борються шляхом розташування вимірювальних зондів по можливості далі від струмових контактів, де електричне поле найбільш одновимірне. Однак, при цьому зменшується відстань між зондами, і, відповідно, зменшується різниця потенціалів, що знижує точність вимірювань. Стає більш складним і точне визначення відстані між зондами, що також впливає на похибку вимірювань.

Ще складніше задовольнити умову ізотермічності зразків. При протіканні струму його порушення призводить до виникнення на зондах крім різниці потенціалів ще і термоЕРС. При чому неізотермічність в першу чергу виникає через дії ефекту Пельтьє в місцях електричних з'єднань зразка з струмовими контактами. При цьому різниця потенціалів між зондами від протікання струму і термоЕРС від неізотермічності зразка можуть бути величинами одного порядку, що призводить до досить грубих помилок. Для зменшення цієї похибки рекомендується пропускати через зразок змінний струм достатньо високої частоти, який повинен запобігти впливу ефекту Пельтьє. Однак, в цьому випадку виникають труднощі у вимірюванні різниці потенціалів на змінному струмі, викликані недостатньою точністю вимірювальної апаратури і всілякими наводки. Використовуються також і вимірювання спаду напруги в момент включення струму, коли вплив ефекту Пельтьє буде незначним через теплоємність матеріалу.

Метою роботи є визначення величин похибок вимірювання електропровідності зразків термоелектричного матеріалу двозондовим методом, пов'язаних з неоднорідністю густини струму у зразку та впливом ефекту Пельтьє, та знаходження умов мінімізації цих похибок.

Фізична модель двозондового методу вимірювання електропровідності та її математичний опис

Фізична модель двозондового методу наведена на рис.1. Вона містить зразок термоелектричного матеріалу, через який за допомогою двох струмопідводів пропускається електричний струм величиною I . Спад напруги U вимірюється між двома зондами, розташованими на бічній поверхні зразка.

Електропровідність матеріалу зразка визначається за формулою

$$\sigma = \frac{I l}{U S}, \quad (1)$$

де S – площа поперечного перерізу зразка, l – відстань між вимірювальними зондами.

У фізичній моделі враховано теплоти $Q_1 - Q_{10}$, які мають місце при проведенні вимірювань. Це тепло Джоуля, що виділяється у зразку та струмопідводах, тепло Пельтьє, яке виділяється та поглинається на протилежних торцях зразка, теплообмін зразка з оточуючим середовищем.

Для дослідження похибок вимірювань та впливу на них різних факторів необхідним є знаходження розподілів електричного потенціалу та температури у зразку. При чому, оскільки для усунення впливу ефекту Пельтьє застосовуються миттєві вимірювання, то задача є нестационарною.

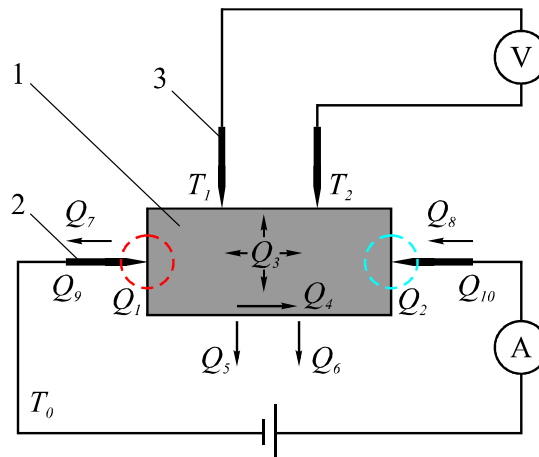


Рис. 1. Фізична модель двозондового методу вимірювання електропровідності термоелектричного матеріалу. 1 – досліджуваний зразок термоелектричного матеріалу; 2 – струмопідводи; 3 – вимірювальні зонди.

Рівняння для знаходження електричного потенціалу U та температури T у цьому випадку матимуть вигляд

$$\begin{cases} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla \cdot ((\sigma \alpha^2 T + \kappa) \nabla T) - \nabla \cdot (\sigma \alpha T \nabla U) = \sigma ((\nabla U)^2 + \sigma \nabla T \nabla U) \\ \nabla \cdot (\sigma \alpha \nabla T) + \nabla \cdot (\sigma \nabla U) = -\nabla \cdot \left(\varepsilon \nabla \frac{\partial U}{\partial t} \right) \end{cases}, \quad (2)$$

де ρ – густина, C – теплоємність, σ – електропровідність, α – коефіцієнт термоЕРС, κ – теплопровідність, ε – діелектрична проникність.

Розв'язавши систему (2) з відповідними граничними умовами, отримаємо розподіли електричного потенціалу та температури у зразку. Для розрахунку температурних та електричних полів, а також впливу на них різних факторів, були використані комп'ютерні методи об'єктно-орієнтованого моделювання, зокрема, пакет прикладних програм COMSOL Multiphysics [6].

Похибки вимірювання електропровідності, пов'язані з неодномірністю густини струму у зразку

За допомогою комп'ютерного моделювання було отримано залежності похибок вимірювання електропровідності, пов'язаних з неоднорідністю густини струму від геометрії досліджуваного зразка. Розглядався зразок з термоелектричного матеріалу на основі $Bi-Te$ ($\sigma = 1000 \text{ Ом}^{-1}\text{см}^{-1}$, $\alpha = 200 \text{ мкВ/К}$, $\kappa = 1.4 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, $\rho = 7740 \text{ кг/м}^3$, $C = 154 \text{ Дж/(кг}\cdot\text{К)}$ [7]).

Залежності похибки $\delta\sigma_1$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з неоднорідністю густини струму, від довжини зразка L , діаметра зразка d та відстані між зондами a наведено на рис. 2 – 4.

На рис. 5 приведено узагальнена залежність похибки $\delta\sigma_1$ від співвідношення довжини та діаметра зразка при різних значеннях відстані між зондами. Як видно з рисунка, для мінімізації похибок довжина зразка повинна бути не менш як у 2 – 2.5 рази більшою за діаметр зразка, а відстань між зондами не повинна перевищувати $\frac{3}{4}$ діаметра зразка.

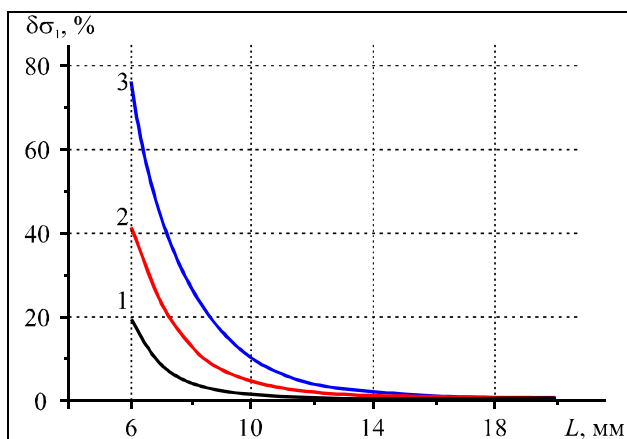


Рис. 2. Залежність похибки $\delta\sigma_1$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з неоднорідністю густини струму, від довжини зразка L для різних значень діаметра зразка d (відстань між зондами = 5 мм). 1 – $d = 4$ мм; 2 – $d = 6$ мм; 3 – $d = 8$ мм.

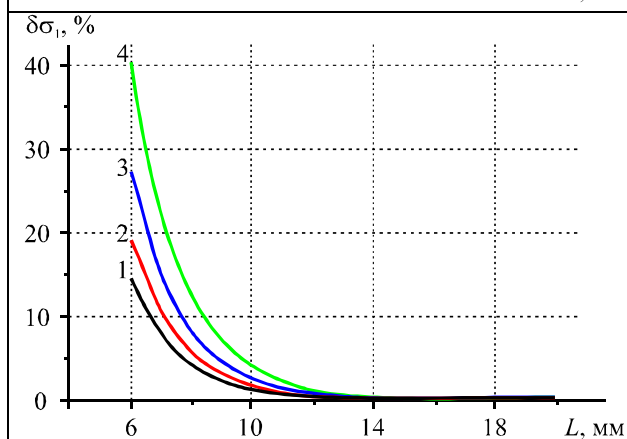


Рис. 3. Залежність похибки $\delta\sigma_1$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з неоднорідністю густини струму, від довжини зразка L для різних значень відстані між зондами (діаметра зразка $d = 6$ мм). 1 – $a = 2$ мм; 2 – $a = 3$ мм; 3 – $a = 4$ мм; 4 – $a = 5$ мм.

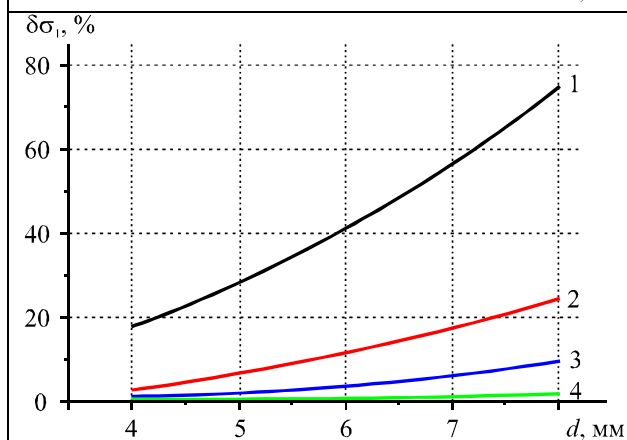


Рис. 4. Залежність похибки $\delta\sigma_1$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з неоднорідністю густини струму, від діаметра зразка для різних значень довжини зразка L (відстань між зондами = 5 мм). 1 – $L = 6$ мм; 2 – $L = 10$ мм; 3 – $L = 15$ мм; 4 – $L = 20$ мм.

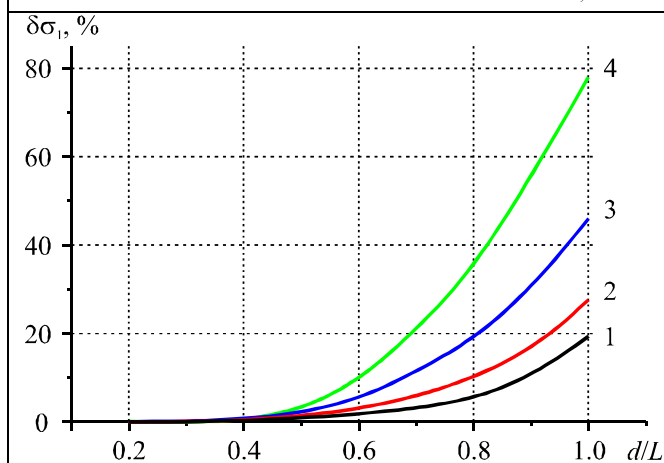
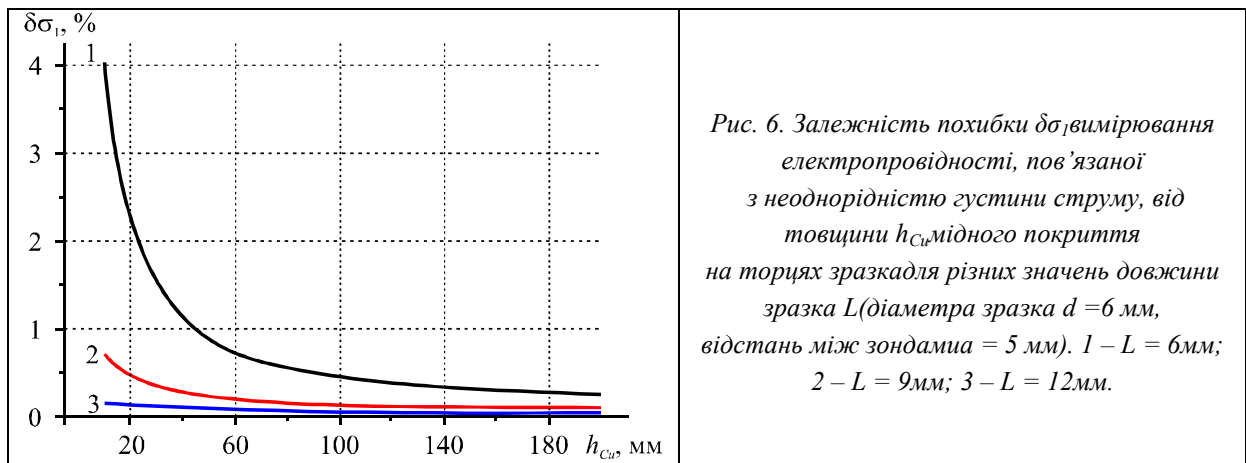


Рис. 5. Залежність похибки $\delta\sigma_1$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з неоднорідністю густини струму, від відношення діаметра зразка d до його довжини L для різних значень відстані між зондами. 1 – $a = 2$ мм; 2 – $a = 3$ мм; 3 – $a = 4$ мм; 4 – $a = 5$ мм.



Похибки вимірювання електропровідності, пов'язані з впливом ефекту Пельтьє

Характер залежності спаду напруги на зразку від часу при використанні миттєвих вимірювань показаний на рис. 7. Він дозволяє реалізувати два варіанти вимірювань, при яких неізотермічність, викликана ефектом Пельтьє, може бути усунута – у момент включення струму та одразу після його виключення.

Для визначення вимог до швидкодії вимірювань було досліджено часові залежності розподілів температури та електричного потенціалу у зразку за допомогою комп'ютерного моделювання. На рис. 8 наведено залежність перепаду температури між зондами, викликаного впливом ефекту Пельтьє, від часу для зразка діаметром 6 мм та довжиною 12 мм; відстань між зондами – 5 мм. Як видно з рисунка, при таких розмірах зразка, вплив ефекту Пельтьє дуже швидко розповсюджується до вимірювальних зондів, а, отже, призводить до виникнення похибок.

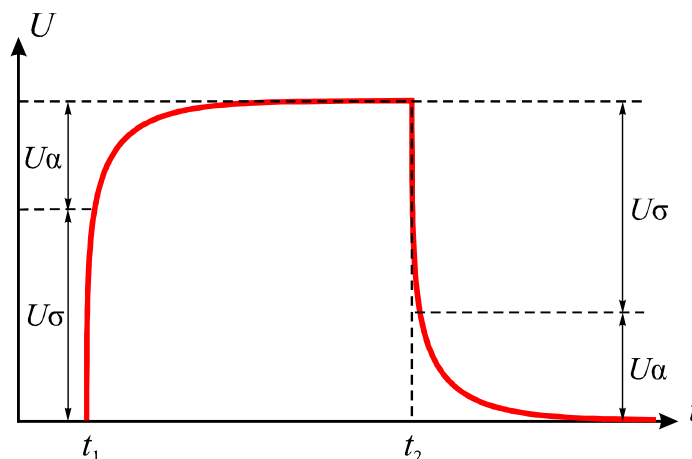


Рис. 7. Характер залежності спаду напруги між зондами від часу при вимірюванні електропровідності двозондовим методом.

Часова залежність похибки $\delta\sigma_2$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з впливом ефекту Пельтьє, наведена на рис. 9. Для досягнення рівня похибки не вище 0.2% вимірювання потрібно провести менше ніж за 1 секунду після включення струму. Це говорить про необхідність обов'язкової автоматизації процесу вимірювань.

Було розглянуто вплив на точність вимірювань металевих шарів, які наносяться на торці для зменшення похибок від неоднорідності густини струму у зразку.

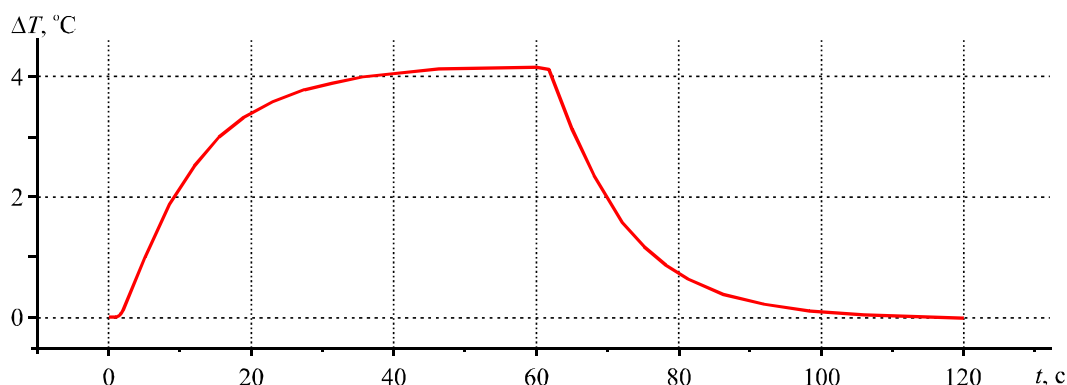


Рис. 8. Часова залежність перепаду температури між зондами, викликаного впливом ефекту Пельтьє. (діаметра зразка $d = 6$ мм, довжина зразка $L = 12$ мм, відстань між зондами $a = 5$ мм)

З рис. 10 видно, що використання тонких шарів міді на торцях зразка (до 200 мкм) у 1.2 – 1.5 рази збільшує похибки, викликані впливом ефекту Пельтьє у порівнянні із випадком одного центрального точкового струмопідвода на кожному із торців.

Використання товстіших мідних пластин (рис. 11) зменшує вплив ефекту Пельтьє за рахунок їх високої теплоємності – до 10 разів у порівнянні із випадком одного центрального точкового струмопідвода на кожному із торців (при товщині пластини 5 мм). Залежність похибки $\delta\sigma_2$ від товщини пластин наведено на рис. 12.

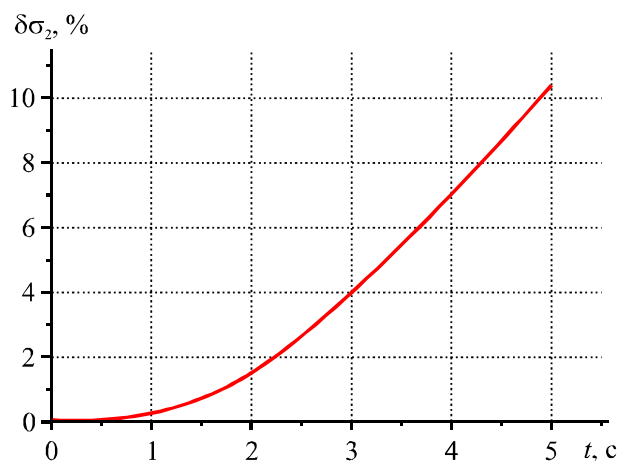


Рис. 9. Часова залежність похибки $\delta\sigma_2$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з впливом ефекту Пельтьє.

Для подальшого зменшення похибок можна використовувати термостатування торців зразка за допомогою мідних блоків (рис. 13). На рис. 14 наведено залежність похибки вимірювання електропровідності, пов'язаної з впливом ефекту Пельтьє, при використанні термостатування торців зразка за допомогою мідних блоків діаметром 12 мм та товщиною 10 мм (для зразка діаметром 6 мм та довжиною 12 мм; відстань між зондами – 5 мм).

Таким чином, термостатування кінців зразка за допомогою масивних мідних блоків дозволяє практично усунути вплив ефекту Пельтьє при вимірюванні електропровідності двозондовим методом.

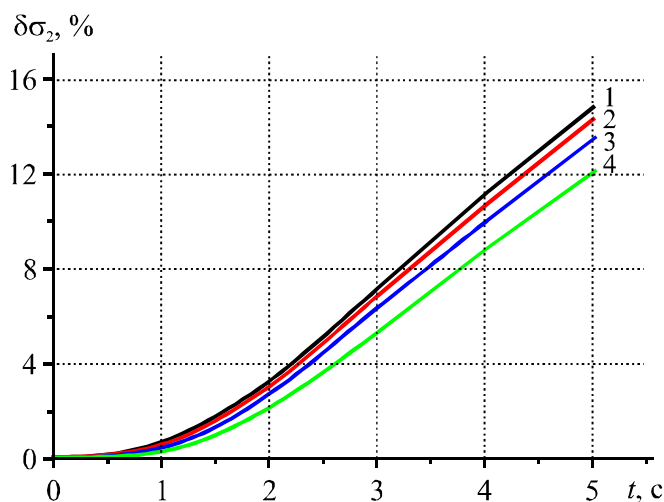


Рис. 10. Часова залежність похибки $\delta\sigma_2$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з впливом ефекту Пельтьє, при використанні на торцях мідного покриття товщиною h_{Cu} .
1 – $h_{Cu} = 10$ мкм; 2 – $h_{Cu} = 50$ мкм; 3 – $h_{Cu} = 100$ мкм; 4 – $h_{Cu} = 200$ мкм.

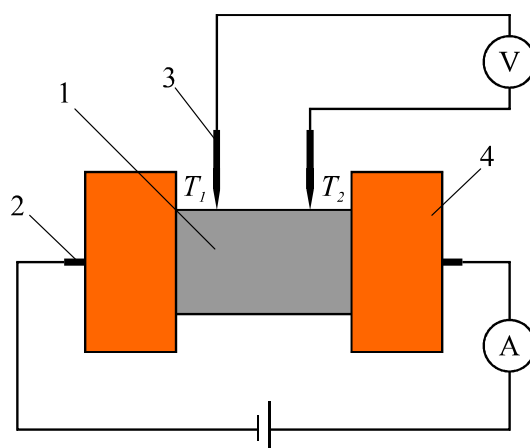


Рис. 13. Термостатування торців зразка за допомогою мідних блоків для усунення впливу ефекту Пельтьє. 1 – зразок термоелектричного матеріалу; 2 – струмопідводи; 3 – вимірювальні зонди; 4 – термостатуючі мідні блоки.

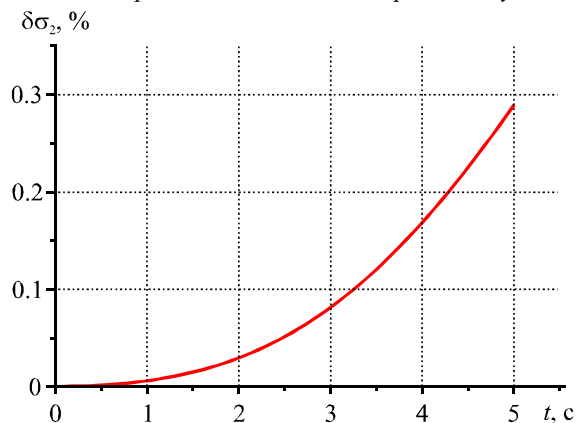


Рис. 14. Часова залежність похибки $\delta\sigma_2$ вимірювання електропровідності, пов'язаної з впливом ефекту Пельтьє, при використанні термостатування торців зразка за допомогою мідних блоків.

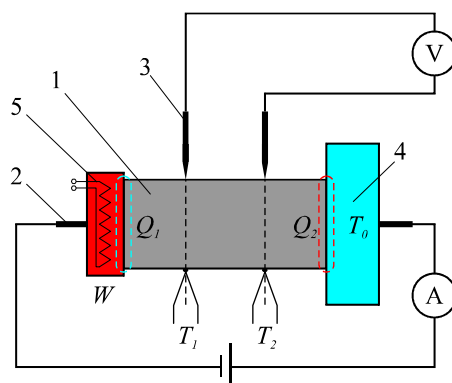


Рис. 15. Компенсація впливу ефекту Пельтьє за допомогою нагрівника при комплексному вимірюванні параметрів термоелектричних матеріалів абсолютним методом. 1 – зразок термоелектричного матеріалу; 2 – струмопідводи; 3 – вимірювальні зонди; 4 – термостат; 5 – еталонний нагрівник.

У випадку комплексного визначення параметрів зразка абсолютним методом, коли один з кінців термостатовано, а на іншому розміщено еталонний нагрівник (рис. 15) для усунення впливу ефекту Пельтьє можна використати компенсацію охолоджуючої дії ефекту Пельтьє теплом еталонного нагрівника. Контроль ізотермічності можна проводити за допомогою термопар. Комп'ютерне моделювання підтвердило ефективність такого засобу мінімізації впливу ефекту Пельтьє.

Висновки

1. За допомогою комп'ютерного моделювання визначено умови мінімізації похибок вимірювання електропровідності двозондовим методом, пов'язаних з неоднорідністю густини струму у зразку. Встановлено, що для мінімізації похибок довжина зразка повинна бути не менш як у 2-2.5 рази більшою за діаметр зразка, а відстань між зондами не повинна перевищувати $\frac{3}{4}$ діаметра зрака.
2. Досліджено можливість зменшення похибок вимірювання електропровідності, пов'язаних з неоднорідністю густини струму у зразку, за допомогою металевих шарів, нанесених на торці зразка. Встановлено, що для досягнення рівня похибки не вище 0.2 % достатнім є шар міді товщиною 50 – 60 мкм. Використання шару міді товщиною 100 мкм дозволяє без істотних втрат точності вимірювань зменшити довжину зразка у ~ 1.5 рази.
3. Досліджено похибки вимірювання електропровідності, викликані впливом ефекту Пельтьє. Встановлено, що для досягнення рівня похибки не вище 0.2 % вимірювання потрібно провести менше ніж за 1 секунду після включення струму.
4. Встановлено, що використання тонких шарів міді на торцях зразка (до 200 мкм) у 1.2 – 1.5 рази збільшує похибки, викликані впливом ефекту Пельтьє у порівнянні із випадком одного центрального точкового струмопідвода на кожному із торців. Використання товстіших мідних пластин зменшує вплив ефекту Пельтьє за рахунок їх високої теплоємності – до 10 разів у порівнянні із випадком одного центрального точкового струмопідвода на кожному із торців (при товщині пластини 5 мм).
5. Термостатування кінців зразка за допомогою масивних мідних блоків дозволяє практично усунути вплив ефекту Пельтьє при вимірюванні електропровідності двозондовим методом.

Для випадку теплової асиметрії кінців зразка (як у випадку комплексного визначення параметрів зразка абсолютним методом, коли один з кінців термостатовано, а на іншому розміщено еталонний нагрівник) ефективним засобом усунення впливу ефекту Пельтьє є компенсація охолоджуючої дії ефекту Пельтьє теплом еталонного нагрівника.

Література

1. L.I. Anatyshuk, M.V. Havryliuk, V.V. Lysko. Absolute method for measuring of thermoelectric properties of materials // *Materials Today: Proceedings*, №2, 2015, pp. 737 – 743.
2. Анатичук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства. – К.: Наук. думка, 1978. – 768 с.
3. Охотин А.С. Методы измерения характеристик термоэлектрических материалов и преобразователей. / А.С. Охотин, А.С. Пушкарский, Р.П. Боровикова, В.А. Симонов. М. : Наука, 1974. – 167с.
4. Анатичук Л.И. Високоточний метод вимірювання електропровідності стрижнів термоелектричних матеріалів / Л.И. Анатичук, В.В. Лисько // *Термоелектрика* – 2008. – №1. – С. 70-75.
5. Л.И. Анатичук, В.В. Лисько, М.В. Гаврилюк, В.А. Тюменцев. Автоматизоване обладнання для вимірювання властивостей стрижнів термоелектричних матеріалів // *Термоелектрика*, №5, 2015.
6. Martin Jaegle. Multiphysics Simulation of Thermoelectric Systems.–Proceedings of the COMSOL Conference, 2008, Hannover.
7. Гольцман Б.М. Полупроводниковые термоэлектрические материалы на основе Bi_2Te_3 . / Б.М. Гольцман, В.А. Кудинов, И.А. Смирнов. М.: Наука, 1972. – 320 с.

Надійшла до редакції 05.01.2018

Лисько В.В. канд. физ.-мат. наук^{1,2}

¹Институт термоэлектричества, ул. Науки, 1,
Черновцы, 58029, Украина e-mail: anatysh@gmail.com;

²Черновицкий национальный университет имени Юрия Федьковича,
ул. Коцюбинского 2, Черновцы, 58012, Украина
e-mail: anatysh@gmail.com

О ПОГРЕШНОСТЯХ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ ОБРАЗЦОВ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ДВУХЗОНДОВЫМ МЕТОДОМ

Представлены результаты компьютерного моделирования погрешностей, возникающих при измерении электропроводности с помощью двухзондового метода. Определены условия минимизации погрешностей измерения электропроводности, связанных с неоднородностью плотности тока в образце. Исследована возможность уменьшения погрешностей измерения электропроводности, связанных с неоднородностью плотности тока в образце, с помощью металлических слоев, нанесенных на торец образца. Исследованы погрешности измерения электропроводности, вызванные влиянием эффекта Пельтье, определены условия их минимизации. Библ. 7, Рис. 15.

Ключевые слова: электропроводность, эффект Пельтье, погрешность, термоэлектрический материал.

V.V. Lysko Candidate Phys.-math. Sciences^{1,2}

¹Institute of Thermoelectricity of the NAS and MES of Ukraine,
1, Nauky str, Chernivtsi, 58029, Ukraine; e-mail: anatykh@gmail.com;

²Yu.Fedkovych Chernivtsi National University, 2, Kotsiubynskyi str.,
Chernivtsi, 58012, Ukraine, e-mail: anatykh@gmail.com

ON THE ERRORS IN MEASUREMENT OF ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF THERMOELECTRIC MATERIAL SAMPLES BY TWO-PROBE METHOD

The results of computer studies of errors in measurement of electrical conductivity by two-probe method are presented. Conditions for minimization of the errors in measurement of electrical conductivity due to non-uniformity of current density in the sample are determined. The possibility of reducing the errors in measurement of electrical conductivity due to non-uniformity of current density in the sample by means of metal layers applied on sample end faces is investigated. The errors in measurement of electrical conductivity due to the influence of the Peltier effect are investigated, conditions for their minimization are determined.

Key words: electrical conductivity, Peltier effect, error, thermoelectric material.

References

1. Anatykhuk L.I., Havryliuk M.V., Lysko V.V. (2015). Absolute method for measuring of thermoelectric properties of materials. *Materials Today: Proceedings*, 2, 737 – 743.
2. Anatykhuk L.I. (1978). *Termoelementy i termoelektricheskiye ustroystva [Thermoelements and thermoelectric devices]*. Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
3. Okhotin A.S., Pushkarskii A.S., Borovikova R.P., Simonov V.A. (1974). *Metody izmereniia kharakteristik termoelektricheskikh materialov i preobrazovatelei [Methods for measuring characteristics of thermoelectric materials and converters]*. Moscow: Nauka [in Russian].
4. Anatykhuk L.I., Lysko V.V. (2008). High-precision method for measuring electric conductivity of thermoelectric material rods. *J. Thermoelectricity*, 1, 70-75.
5. Anatykhuk L.I., Lysko V.V., Havryliuk M.V., Tiumentsev V.A. (2015). Automated equipment for measurement of properties of thermoelectric material rods. *J. Thermoelectricity*, 5
6. Jaegle Martin. (2008). Multiphysics simulation of thermoelectric systems. *Proceedings of the COMSOL Conference* (Hannover, 2008). .
7. Goltsman B.M., Kudinov V.A., Smirnov I.A. (1972). Poluprovodnikovyye termoelektricheskiye materialy na osnove Bi_2Te_3 [Semiconductor thermoelectric materials based on Bi_2Te_3 . Moscow: Nauka [in Russian].

Submitted 05.01.2018