

УДК 53.082

Лысько В.В. канд. физ. - мат. наук<sup>1,2</sup>



Лысько В.В.

<sup>1</sup>Институт термоэлектричества НАН и МОН Украины, ул. Науки, 1,  
Черновцы, 58029, Украина, e-mail: anatysh@gmail.com

<sup>2</sup>Черновицкий 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.

### Введение

*Общая характеристика проблемы.*

Важную роль при разработке и изготовлении термоэлектрических преобразователей энергии, а также приборов на их основе, играет контроль качества исходного термоэлектрического материала. Он осуществляется путем определения термоэлектрических параметров материала – электропроводности, теплопроводности, термоЭДС и добротности. При этом наилучшими с точки зрения точности измерений являются комплексные измерения всех этих параметров на одном образце. Такие измерения могут быть реализованы с использованием абсолютного метода [1].

В основу определения электропроводности лежит двухзондовый метод измерения, при котором ток пропускается через торцевые поверхности образца, а электрический потенциал на его поверхности измеряется двумя зондами с известным расстоянием между ними [2, 3]. Электропроводность вычисляется по значениям тока и разности потенциалов между зондами с учетом геометрических размеров (площади сечения образца и расстояния между зондами). Такой метод считается общепризнанным для исследования полупроводникового материала (международный стандарт SEMI MF397 – 02 «Test method for resistivity of silicon bars using a Two – pointprobe»).

*Анализ современного состояния проблемы.*

В работах [4, 5] рассмотрены основные источники погрешностей двухзондового метода для случая длинных стержней (слитков) термоэлектрического материала:

– неоднородность плотности тока в слитке вследствие подвода тока к торцу слитка не равномерно по всей его поверхности, а только в местах контакта с токоподводами;

– неизотермические условия, вызванные влиянием эффектов Пельтье и Джоуля, а также теплообменом с окружающей средой.

С этим борются, располагая измерительные зонды возможно дальше от токовых контактов, где электрическое поле наиболее близко к одномерному. Однако при этом уменьшается расстояние между зондами, и, соответственно, уменьшается разность потенциалов, что снижает точность измерений. Усложняется и точное определение расстояния между зондами, которое также влияет на погрешность измерений.

Еще сложнее удовлетворить условие изотермичности образцов. При протекании тока ее нарушение приводит к возникновению на зондах, кроме разности потенциалов, еще и термоЭДС. Неизотермичность, в первую очередь, возникает вследствие действия эффекта Пельтье в местах электрических соединений образца с токовыми контактами. При этом различие потенциалов между зондами от протекания тока и термоЭДС от неизотермичности образца могут быть величинами одного порядка, что приводит к грубым ошибкам. Для уменьшения этой погрешности рекомендуется пропускать через образец переменный ток достаточно высокой частоты, который должен предотвратить влияние эффекта Пельтье. Однако в этом случае возникают трудности в измерении различия потенциалов на переменном токе, вызванные недостаточной точностью измерительной аппаратуры и различными наводками. Используется также и измерение спада напряжения в момент включения тока, когда влияние эффекта Пельтье будет незначительным вследствие теплоемкости материала.

*Целью работы* является определение величин погрешностей измерения электропроводности образцов термоэлектрического материала двухзондовым методом, связанных с неоднородностью плотности тока в образце и влиянием эффекта Пельтье, и нахождение условий минимизации этих погрешностей.

### **Физическая модель двухзондового метода измерения электропроводности и ее математическое описание**

Физическая модель двухзондового метода приведена на рис. 1. Она содержит образец термоэлектрического материала, через который с помощью двух токоподводов пропускается электрический ток величиной  $I$ . Падение напряжения  $U$  измеряется между двумя зондами, расположенными на боковой поверхности образца.

Электропроводность материала образца определяется по формуле

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

где  $S$  – площадь поперечного сечения образца,  $l$  – расстояние между измерительными зондами.

В физической модели учтены потоки тепла  $Q_1 - Q_{10}$ , имеющие место при проведении измерений. Они обусловлены теплом Джоуля, выделяющимся в образце и токоподводах, теплом Пельтье, которое выделяется и поглощается на противоположных торцах образца, и теплообменом образца с окружающей средой.

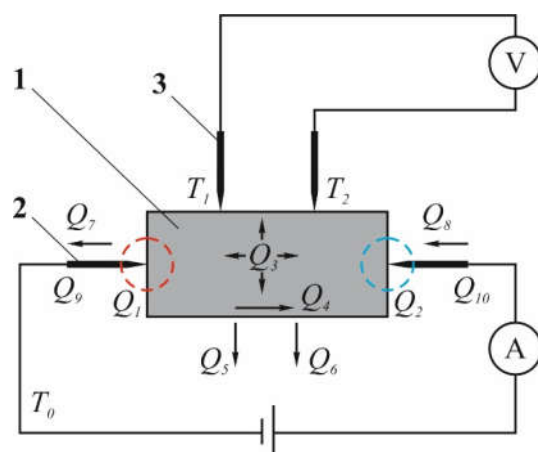


Рис. 1. Физическая модель двухзондового метода измерения электропроводности термоэлектрического материала:

1 – исследуемый образец термоэлектрического материала;  
2 – токоподводы; 3 – измерительные зонды.

Для исследования погрешностей измерений и влияния на них различных факторов необходимо найти распределения электрического потенциала и температуры в образце. Причем, поскольку для устранения влияния эффекта Пельтье применяются измерения в течение малых промежутков времени, задача является нестационарной.

Уравнения для нахождения электрического потенциала  $U$  и температуры  $T$  в этом случае будут иметь вид

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

где  $\rho$  – плотность;  $C$  – теплоемкость;  $\sigma$  – электропроводность;  $\alpha$  – коэффициент термоЭДС;  $\kappa$  – теплопроводность;  $\varepsilon$  – диэлектрическая проницаемость термоэлектрического материала.

Решив систему (2) с соответствующими предельными условиями, получим распределения электрического потенциала и температуры в образце. Для расчетов температурных и электрических полей, а также влияния на них различных факторов, были использованы компьютерные методы объектно – ориентированного моделирования, в частности, пакет прикладных программ Comsolmultiphysics [6].

### Погрешности измерения электропроводности, связанные с неоднородностью плотности тока в образце

С помощью компьютерного моделирования были получены зависимости погрешностей измерения электропроводности, связанные с неоднородностью плотности тока от геометрии исследуемого образца. Рассматривался образец из термоэлектрического материала на основе  $Bi-Te$  ( $\sigma = 1000 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ ,  $\alpha = 200 \text{ мкВ/К}$ ,  $\kappa = 1.4 \text{ Вт/(м} \cdot \text{К)}$ ,  $\rho = 7740 \text{ кг/ м}^3$ ,  $C = 154 \text{ Дж/(кг} \cdot \text{К)}$ ,  $\varepsilon = 40$  [7]).

Зависимости погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от длины образца  $L$ , диаметра образца  $d$  и расстояния между зондами  $a$  приведены на рис. 2 – 4.

На рис. 5 приведена обобщенная зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  от соотношения длины и диаметра образца при разных значениях расстояния между зондами. Как видно из рисунка, для минимизации погрешностей длина образца должна быть не менее чем в 2 – 2.5 раза большей, чем диаметр образца, а расстояние между зондами не должно превышать  $\frac{3}{4}$  диаметра образца.

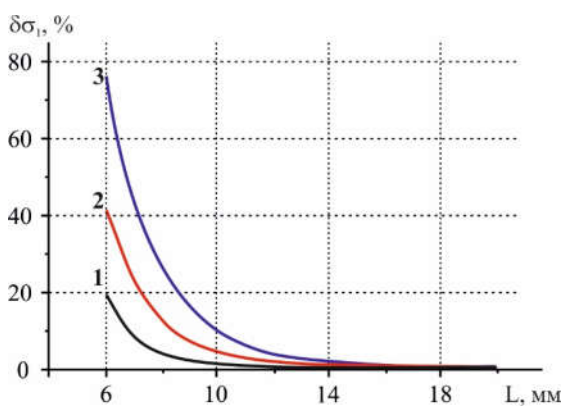


Рис. 2. Зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от длины образца  $L$  для различных значений диаметра образца  $d$  (расстояние между зондами  $a = 5$  мм).  
1 –  $d = 4$  мм; 2 –  $d = 6$  мм; 3 –  $d = 8$  мм.

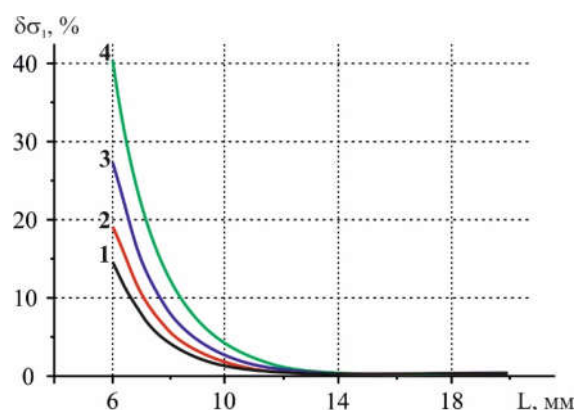


Рис. 3. Зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от длины образца  $L$  для различных значений расстояния между зондами  $a$  (диаметр образца  $d = 6$  мм).  
1 –  $a = 2$  мм; 2 –  $a = 3$  мм; 3 –  $a = 4$  мм; 4 –  $a = 5$  мм.

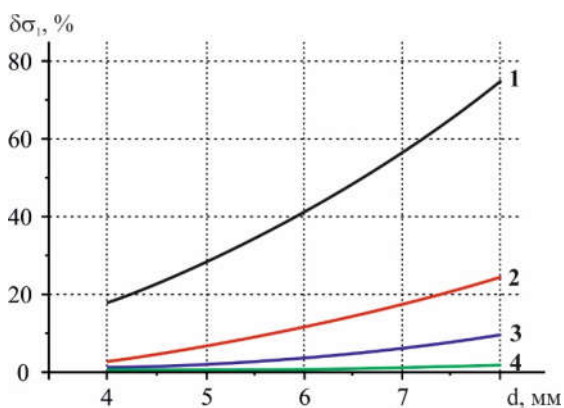


Рис. 4. Зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от диаметра образца  $d$  для различных значений длины образца  $L$  (расстояние между зондами  $a = 5$  мм).  
1 –  $L = 6$  мм; 2 –  $L = 10$  мм; 3 –  $L = 15$  мм; 4 –  $L = 20$  мм.

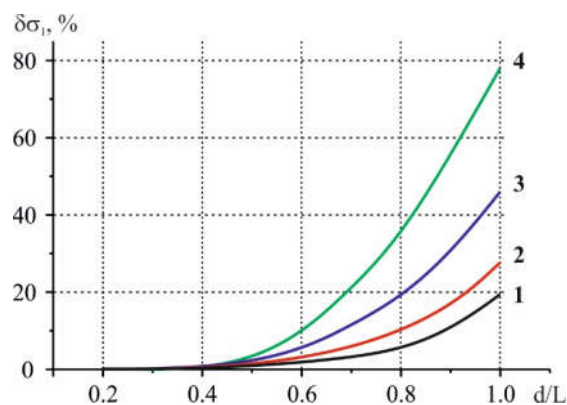


Рис. 5. Зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от отношения диаметра образца  $d$  к его длине  $L$  для различных значений расстояния между зондами.  
1 –  $a = 2$  мм; 2 –  $a = 3$  мм; 3 –  $a = 4$  мм; 4 –  $a = 5$  мм.

Исследована возможность уменьшения погрешностей измерения электропроводности, связанных с неоднородностью плотности тока в образце, с помощью металлических слоев, нанесенных на торец образца (рис. 6). Видно, что для достижения уровня погрешности не выше

0.2 % достаточным является слой меди толщиной 50 – 60 мкм. Использование слоя меди толщиной 100 мкм позволяет без существенных потерь точности измерений уменьшить длину образца в  $\sim 1.5$  раза (с 15 до 9 мм). Такое уменьшение важно для повышения быстродействия измерений при комплексном определении на одном образце также теплопроводности и термоЭДС, поскольку время, необходимое для достижения стационарных условий в образце, пропорционально длине образца.

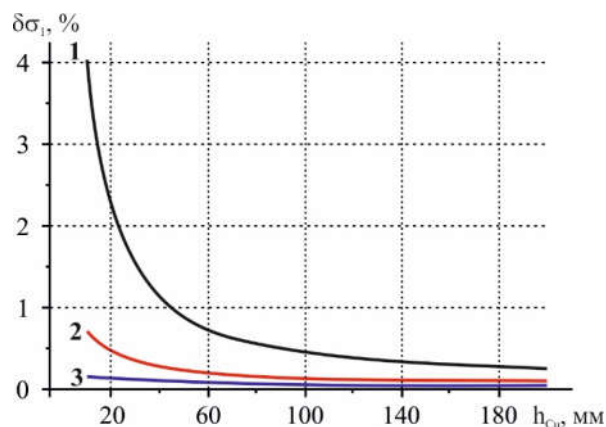


Рис. 6. Зависимость погрешности  $\delta\sigma_1$  измерения электропроводности, связанной с неоднородностью плотности тока, от толщины  $h_{Cu}$  медного покрытия на торцах образца для разных значений длины образца  $L$  (диаметр образца  $d = 6$  мм, расстояние между зондами  $a = 5$  мм).

1 —  $L = 6$  мм; 2 —  $L = 9$  мм; 3 —  $L = 12$  мм.

### Погрешности измерения электропроводности, связанные с влиянием эффекта Пельтье

Характер зависимости падения напряжения на образце от времени при использовании измерений в течение короткого промежутка времени показан на рис. 7. Он позволяет реализовать два варианта измерений, при которых неизотермичность, вызванная эффектом Пельтье, может быть устранена — в момент включения тока и сразу после его выключения.

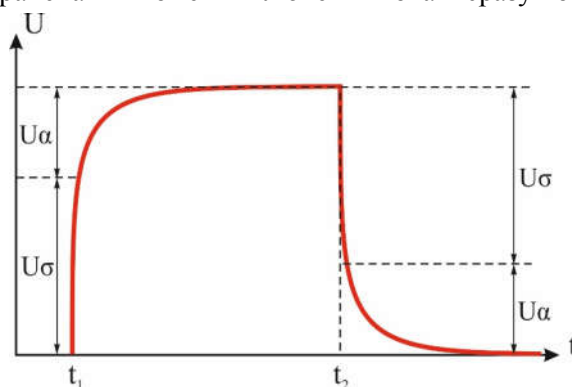


Рис. 7. Характер зависимости падения напряжения между зондами от времени при измерении электропроводности двухзондовым методом.

Для определения требований к быстродействию измерений были исследованы временные зависимости распределений температуры и электрического потенциала в образце с помощью компьютерного моделирования. На рис. 8 приведена зависимость перепада температуры между зондами, вызванного влиянием эффекта Пельтье, от времени для образца диаметром 6 мм и

длиной 12 мм; расстояние между зондами – 5 мм. Как видно из рисунка, при таких размерах образца влияние эффекта Пельтье очень быстро распространяется на измерительные зонды, и, следовательно, приводит к возникновению погрешностей.

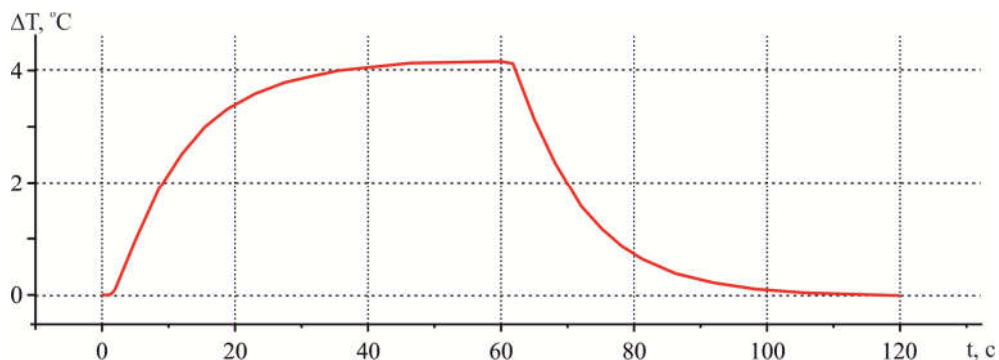


Рис. 8. Временная зависимость перепада температуры между зондами, вызванного влиянием эффекта Пельтье (диаметр образца  $d = 6$  мм, длина образца  $L = 12$  мм, расстояние между зондами  $a = 5$  мм).

Временная зависимость погрешности  $\delta\sigma_2$  измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье, приведена на рис. 9. Для достижения уровня погрешности не выше 0.2 %, измерение нужно провести менее чем за 1 секунду после включения тока. Это говорит о необходимости обязательной автоматизации процесса измерений.

Было рассмотрено влияние на точность измерений металлических пластов, которые наносятся на торец для уменьшения погрешностей от неоднородности плотности тока в образце.

Из рис. 10 видно, что использование тонких слоев меди на торцах образца (до 200 мкм) в 1.2 – 1.5 раза увеличивает погрешности, вызванные влиянием эффекта Пельтье по сравнению со случаем одного центрального точечного токоподвода на каждом из торцов.

Использование более толстых медных пластин (рис. 11) уменьшает влияние эффекта Пельтье за счет их высокой теплоемкости – до 10 раз по сравнению со случаем одного центрального точечного токоподвода на каждом из торцов (при толщине пластины 5 мм). Зависимости погрешности  $\delta\sigma_2$  от толщины пластины приведены на рис. 12.

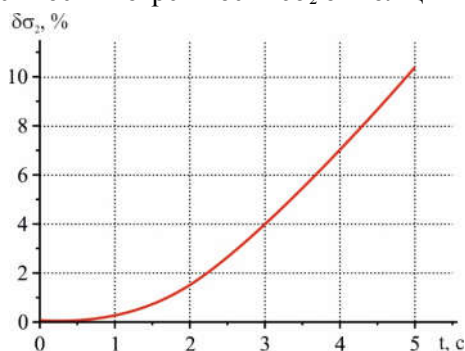


Рис. 9. Временная зависимость погрешности  $\delta\sigma_2$  измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье.

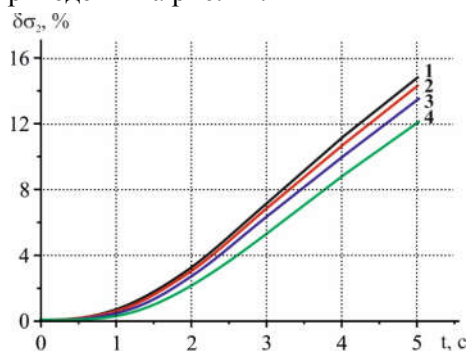


Рис. 10. Временная зависимость погрешности  $\delta\sigma_2$  измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье, при использовании на торцах медного покрытия толщиной  $h_{Cu}$ .  
 1 –  $h_{Cu} = 10$  мкм; 2 –  $h_{Cu} = 50$  мкм;  
 3 –  $h_{Cu} = 100$  мкм; 4 –  $h_{Cu} = 200$  мкм.

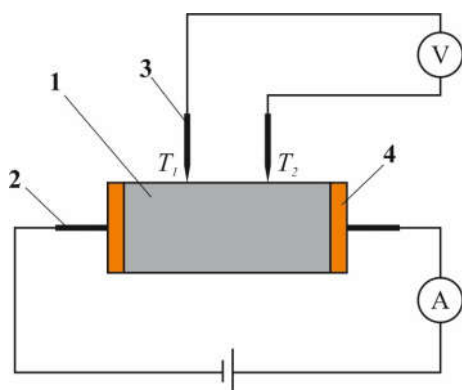


Рис. 11. Использование медных пластин толщиной  $h$  на торцах образца для уменьшения влияния эффекта Пельтье. 1 – образец термоэлектрического материала; 2 – токоподводы; 3 – измерительные зонды; 4 – медные пластины.

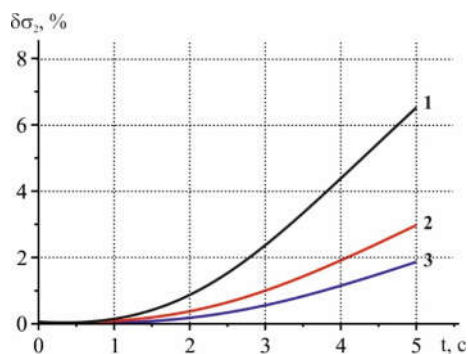


Рис. 12. Временная зависимость погрешности  $\delta\sigma_2$  измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье, при использовании на торцах медных пластин толщиной  $h$ . 1 –  $h = 1$  мм; 2 –  $h = 3$  мм; 3 –  $h = 5$  мм.

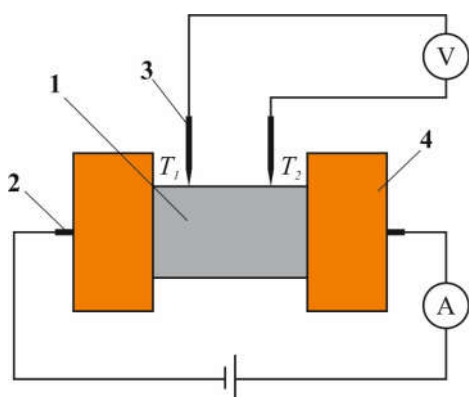


Рис. 13. Термостатирование торцов образца с помощью медных блоков для устранения влияния эффекта Пельтье. 1 – образец термоэлектрического материала; 2 – токоподводы; 3 – измерительные зонды; 4 – термостатирующие медные блоки.

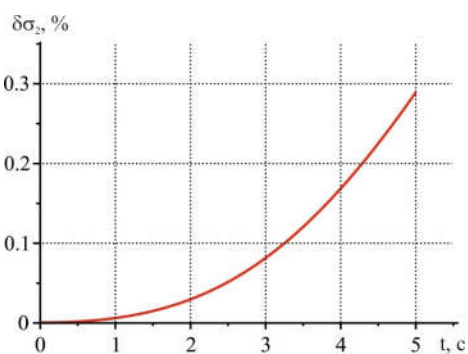


Рис. 14. Временная зависимость погрешности  $\delta\sigma_2$  измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье, при использовании термостатирования торцов образца с помощью медных блоков.

Для дальнейшего уменьшения погрешностей можно использовать термостатирование торцов образца с помощью медных блоков (рис. 13). На рис. 14 приведена зависимость погрешности измерения электропроводности, связанной с влиянием эффекта Пельтье, при использовании термостатирования торцов образца с помощью медных блоков диаметром 12 мм и толщиной 10 мм (для образца диаметром 6 мм и длиной 12 мм; расстояние между зондами – 5 мм).

Таким образом, термостатирование концов образца с помощью массивных медных блоков позволяет практически устранить влияние эффекта Пельтье при измерении электропроводности двухзондовым методом.

В случае комплексного определения параметров образца абсолютным методом, когда один из концов термостатирован, а на другом размещен эталонный нагреватель (рис. 15), для устранения

влияния эффекта Пельтье можно использовать компенсацию охлаждающего действия этого эффекта теплом эталонного нагревателя.

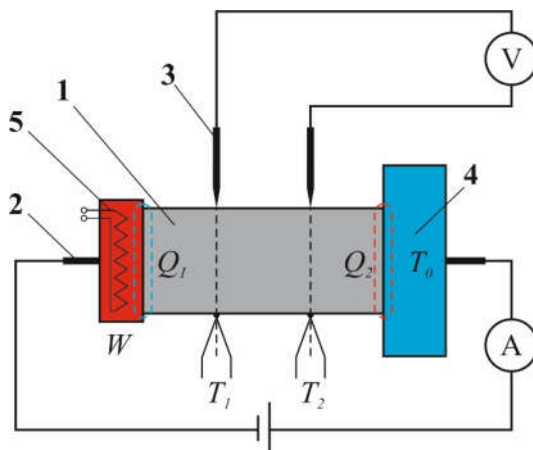


Рис. 15. Компенсация влияния эффекта Пельтье с помощью нагревателя при комплексном измерении параметров термоэлектрических материалов абсолютным методом.

1 – образец термоэлектрического материала; 2 – токоподводы; 3 – измерительные зонды;  
4 – термостат; 5 – эталонный нагреватель.

Контроль изотермичности можно проводить с помощью термопар. Компьютерное моделирование подтвердило эффективность такого средства минимизации влияния эффекта Пельтье.

## Выводы

1. С помощью компьютерного моделирования определены условия минимизации погрешностей измерения электропроводности двухзондовым методом, связанных с неоднородностью плотности тока в образце. Установлено, что для минимизации погрешностей длина образца должна быть не менее чем в 2 – 2.5 раза большей диаметра образца, а расстояние между зондами не должно превышать  $\frac{3}{4}$  диаметра образца.

2. Исследована возможность уменьшения погрешностей измерения электропроводности, связанных с неоднородностью плотности тока в образце, с помощью металлических пластов, нанесенных на торец образца. Установлено, что для достижения уровня погрешности не выше 0.2 % достаточным есть пласт меди толщиной 50 – 60 мкм. Использование пласта меди толщиной 100 мкм позволяет без существенных потерь точности измерений уменьшить длину образца в ~ 1.5 раза.

3. Исследованы погрешности измерения электропроводности, вызванные влиянием эффекта Пельтье. Установлено, что для достижения уровня погрешности не выше 0.2 % измерение нужно провести менее чем за 1 секунду после включения тока.

4. Установлено, что использование тонких пластов меди на торцах образца (до 200 мкм) в 1.2 – 1.5 раза увеличивает погрешности, вызванные влиянием эффекта Пельтье по сравнению со случаем одного центрального точечного токоподвода на каждом из торцов. Использование более толстых медных пластин уменьшает влияние эффекта Пельтье за счет их высокой



теплоемкости – до 10 раз по сравнению со случаем одного центрального точечного токоподвода на каждом из торцов (при толщине пластины 5 мм).

5. Термостатирование концов образца с помощью массивных медных блоков позволяет практически устранить влияние эффекта Пельтье при измерении электропроводности двухзондовым методом. Для случая тепловой асимметрии концов образца (как в случае комплексного определения параметров образца абсолютным методом, когда один из концов термостатирован, а на другом размещен эталонный нагреватель) эффективным средством устранения влияния эффекта Пельтье является компенсация охлаждающего действия этого эффекта теплом эталонного нагревателя.

## Литература

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. Анатычук 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. Высокоточный метод измерения электропроводности стержней термоэлектрических материалов / Л.И. Анатычук, В.В. Лыско // *Термоэлектричество - 2008*. - №1. - С. 70 - 75. Л.И. Анатычук, В.В. Лысько, М.В. Гаврилюк, В.А. Тюменцев. Автоматизованеобладнання для вимірювання властивостей стрижнів термоелектричних матеріалів // *Термоэлектричество*, №5, 2015.
5. Martin Jaegle. Multiphysics Simulation of Thermoelectric Systems. – Proceedings of the COMSOL Conference, 2008, Hannover.
6. 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.

Поступила в редакцию 05.01.2018

V.V. Lysko *Candidate Phys. – math. Sciences*<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Institute of Thermoelectricity of the NAS and MES of Ukraine,  
1, Nauky str, Chernivtsi, 58029, Ukraine, e – mail: [anatysh@gmail.com](mailto:anatysh@gmail.com);

<sup>2</sup>Yu.Fedkovych Chernivtsi National University, 2, Kotsiubynskyi str.,  
Chernivtsi, 58012, Ukraine, e – mail: [anatysh@gmail.com](mailto:anatysh@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. Bibl. 7, Fig. 15.*

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

## References

1. Anatyshuk 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. Anatyshuk 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. Anatyshuk L.I., Lysko V.V. (2008). High – precision method for measuring electric conductivity of thermoelectric material rods. *J.Thermoelectricity*, 1, 70 – 75.
5. Anatyshuk 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