

УДК 53082

Анатычук Л.И., *акад. НАН України*²
Гаврилюк Н.В.¹,
Лысько В.В. *канд. физ.-мат. наук*^{1,2}
Тюменцев В.А.¹

¹Институт термоэлектричества НАН и МОН Украины,
ул. Науки, 1, Черновцы, 58029, Украина,
e-mail: anatyuch@gmail.com

²Черновицкий национальный университет
им. Ю.Федьковича, ул. Коцюбинского, 2,
Черновцы, 58012, Украина

АВТОМАТИЗАЦИЯ И КОМПЬЮТЕРИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МАТЕРИАЛОВ

Представлены результаты разработки системы автоматизации процесса измерений термоэлектрических свойств материалов и обработки их результатов. Блок управления измерениями построен на основе многоканального аналого-цифрового преобразователя. Управление процессом измерений, обработка и отображение результатов проводятся с помощью компьютера, к которому блок измерений подключается по стандартному каналу USB. Результаты отображаются в виде графиков и таблиц. Разработанная система автоматизации является универсальной и позволяет реализовывать как классические стационарные методы измерений термоэлектрических свойств материалов, так и сложные алгоритмы измерений с повышенным быстродействием. Приведен пример использования разработанной системы для определения термоэлектрических свойств материала комплексным абсолютным методом. Библ. 9, рис. 5.

Ключевые слова: электропроводность, термоЭДС, теплопроводность, термоэлектрический материал, автоматизация, компьютеризация.

Введение

Общая характеристика проблемы.

Известно, что успехи в термоэлектричестве в большой мере зависят от качества термоэлектрического материала, которое определяется добротностью материала Z и от которой зависит эффективность термоэлектрических преобразователей энергии – КПД генераторов, максимальный перепад температур и холодильный коэффициент холодильников, отопительный коэффициент нагревателей [1, 2]. Для повышения добротности Z используют экспериментальные методы оптимизации материалов, решающую роль в реализации которых играет корректное измерение параметров материалов [3].

Одним из наилучших для определения добротности материалов является комплексный абсолютный метод. Он обладает важными преимуществами:

– измерение электропроводности σ , термоЭДС α и теплопроводности κ проводятся одно-

временно на одном образце, что снижает погрешности при определении добротности Z ;
 – термоэлектрические параметры определяются из классических формул без применения поправок;
 – метод позволяет свести к минимуму различные погрешности.

В работах [4 – 8] приведены результаты комплексных исследований, проведенных в Институте термоэлектричества НАН и МОН Украины, направленных на разработку средств минимизации погрешностей абсолютного метода. Результатом этих исследований является создание измерительного оборудования, точность которого в определении добротности в 3-5 раз преобладает над точностью измерения при использовании других методов.

В работе [9] приведены также способы повышения быстродействия при использовании абсолютного метода путем применения импульсов переменного тока для ускорения достижения стационарных условий в исследуемых образцах, а также программируемого форсированного разогрева образца и термостата. Реализация этих сложных алгоритмов требует полной автоматизации процесса измерений. Кроме того, это позволит устранить возможные субъективные ошибки операторов при измерениях электрических сигналов, их обработки для определения σ , α , κ , Z , при построении графиков и таблиц, которые определяют зависимости этих параметров от концентрации примесей, состава и структуры материала и других факторов.

Поэтому цель работы состояла в создании компьютеризированной системы управления измерениями для автоматизации процессов определения термоэлектрических свойств материалов, обработки и отображения их результатов.

Требования к автоматизации измерений

Схема комплексного абсолютного метода, взятого за основу при создании автоматизированного оборудования, приведена на рис. 1.

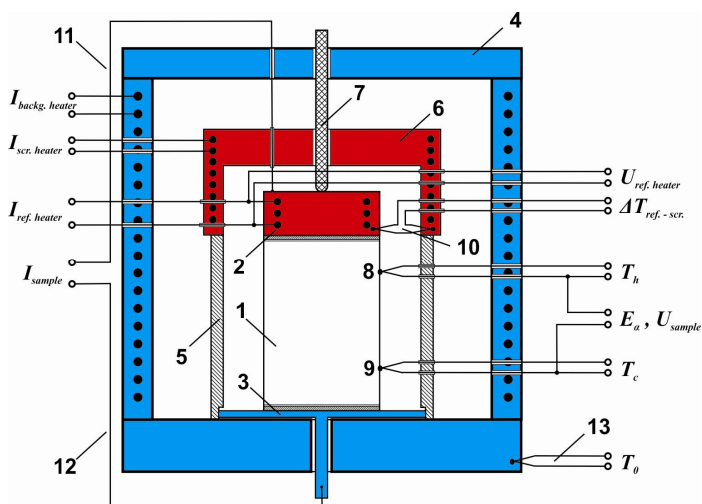


Рис. 1. Схема комплексного абсолютного метода измерения термоэлектрических параметров материалов. 1 – исследуемый образец; 2 – эталонный нагреватель; 3 – посадочная площадка; 4 – термостат; 5 – экран; 6 – нагреватель экрана; 7 – прижим; 8, 9 – измерительные зонды-термопары; 10 – нуль-термопара; 11, 12 – токоподводы образца; 13 – термопара термостата; I_{sample} , U_{sample} – ток через образец и перепад напряжения между измерительными зондами-термопарами при измерении электропроводности; E – термоЭДС между одинаковыми ветвями зондов-термопар; T_h и T_c – «горячая» и «холодная» температуры на образце; $I_{ref.heater}$, $U_{ref.heater}$ – ток и напряжение питания эталонного нагревателя при измерении теплопроводности; $I_{scr.heater}$ – ток питания нагревателя экрана; $I_{backg.heater}$ – ток питания фоновый экрана.

Термоэлектрические параметры исследуемого образца определяются по формулам:

$$\sigma = \frac{I_{sample}}{U_{sample}} \frac{l}{S}, \quad (1)$$

$$\alpha = \frac{E_{\alpha}}{T_h - T_c}, \quad (2)$$

$$\kappa = \frac{I_{ref.heater} \cdot U_{ref.heater}}{T_h - T_c} \frac{l}{S}, \quad (3)$$

$$Z = \frac{\alpha^2 \sigma}{\kappa}, \quad (4)$$

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

Для реализации такого метода система управления измерениями должна содержать:

- средства задания и поддержания температуры измерительного термостата в широком интервале температур (терморегулятор, блок питания, контрольная термопара и т.п.);
- регулируемый блок питания для пропускания тока через образец при измерении электропроводности, коммутатор тока;
- регулируемый блок питания эталонного нагревателя;
- средства поддержания нулевого перепада температур между эталонным и экраным нагревателями (терморегулятор, блок питания, контрольная нуль-термопара и т.п.);
- высокоточный измеритель напряжения с разрешающей способностью не менее 1 мкВ;
- возможность задания необходимой циклограммы включено/выключено блоков питания и моментов записи результатов измерения всех измерительных каналов (температур «горячего» и «холодного» зондов, перепада напряжения между зондами, величин тока и напряжения через образец, тока и напряжения питания эталонного нагревателя);
- возможность передачи результатов измерений на компьютер для их последующей обработки, построения графиков и таблиц, формирования паспорта образца.

Описание блока управления измерениями

Разработаны универсальные блоки, которые имеют дискретные входы управления и соответствующие аналоговые выходы. Комбинируя эти блоки и управляя ими по необходимым циклограммам с помощью программируемого контроллера, можно создать различные установки, которые позволяют осуществить любой способ измерения параметров термоэлектрических материалов. Разработана также система для автоматизации измерений, блок-схема которой приведена на рис. 2. Она построена на основе 24-разрядного 8-канального аналого-цифрового преобразователя (АЦП) 4 с дифференциальными входами, диапазон измеряемых напряжений которого – $\pm (5 \text{ мкВ} - 2.5 \text{ В})$. Дифференциальные входы АЦП позволяют проводить высокоточные измерения напряжений в электрических цепях разных блоков, в том числе имеющих разные источники питания.

В состав системы также входят интеллектуальные ключи 6 и 7 со своими схемами защиты от короткого замыкания и превышения заданного тока. Применение таких ключей обеспечивает высокую надежность установки, предотвращая выход ее из строя при неполадках в силовых цепях. Применение в качестве элементной базы современных полевых транзисторов, изготовленных по MOSFET технологии, с низким сопротивлением в открытом состоянии, уменьшает выделение на них тепла, что позволило обойтись без радиаторов. Ключи способны при этом коммутировать нагрузку до 600 Вт.

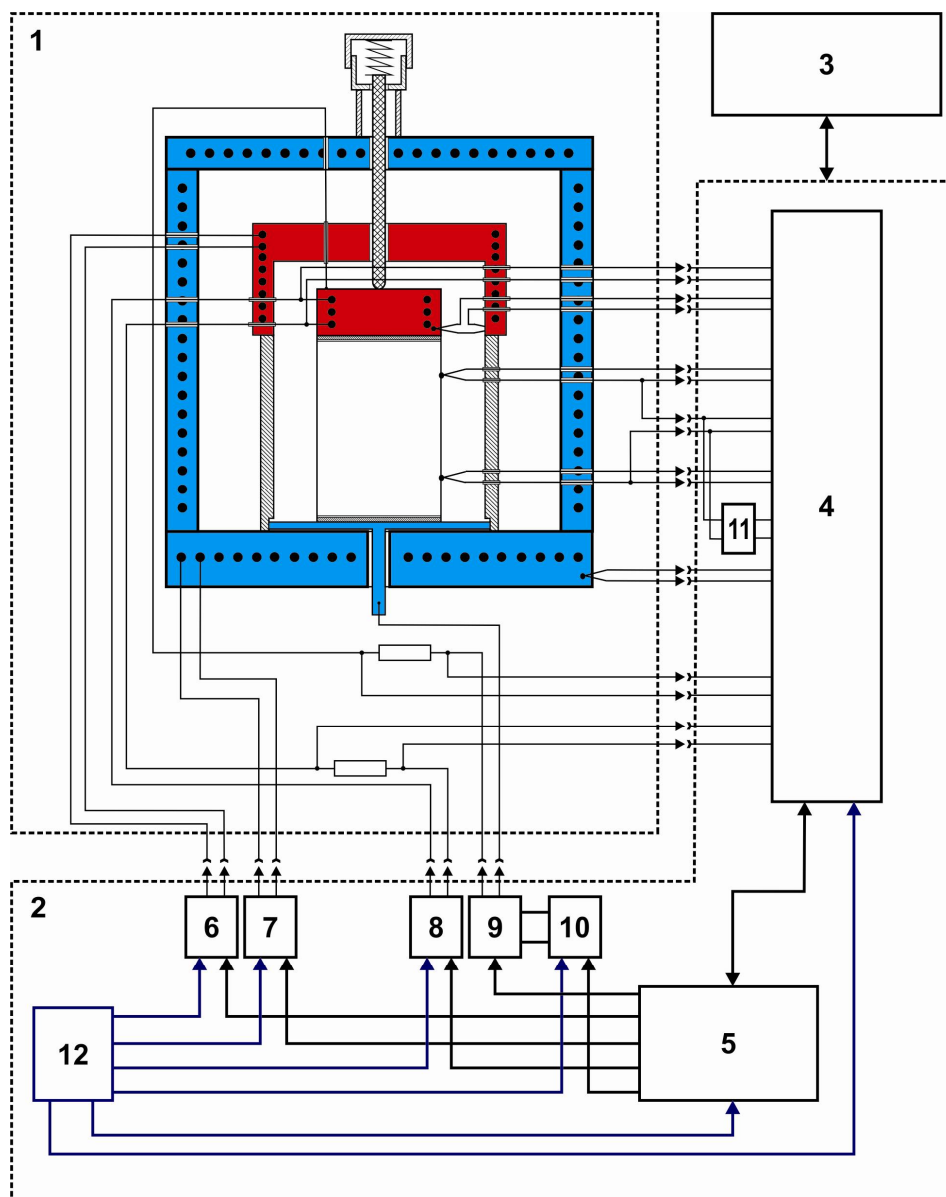


Рис. 2. Блок-схема автоматизации измерений термоэлектрических параметров материалов комплексным абсолютным методом. 1 – измерительный блок; 2 – блок управления измерениями; 3 – компьютер; 4 – аналого-цифровой преобразователь; 5 – контроллер; 6, 7 – ключи; 8, 10 – источники регулируемого напряжения; 9 – электронный коммутатор; 11 – синхронный детектор; 12 – блок питания.

Для питания эталонного нагревателя стабильным напряжением использован регулируемый стабильный источник напряжения 8. Он может обеспечивать мощность эталонного нагревателя до 10 Вт.

Электронный коммутатор 9 позволяет включать или отключать ток через образец, изменять направление тока, а также питать его знакопеременным током. Коммутатор собран по схеме Н-моста на базе мощных полевых MOSFET транзисторов. Ток электронного коммутатора может изменяться в пределах от 0.01 А до 8.0 А.

Регулируемый источник стабильного тока 10 обеспечивает ток через образец, который можно устанавливать в пределах от 0.05 А к 4.0 А. Синхронный детектор 11 позволяет точно детектировать знакопеременные напряжения, а также измерять импульсные значения напряжений на образце. Синхронный детектор собран по ключевой схеме, с разными дискретными входами управления, управляя которыми можно реализовать разные режимы работы при импульсном питании образца.

Система содержит блок управления исполнительными механизмами. В данном методе в качестве исполнительного механизма служит звуковой зуммер, который сигнализирует об окончании цикла или завершении работы. Если система используется в оборудовании для исследования неоднородности образцов, этот блок может управлять шаговыми двигателями для создания программируемого перемещения зондов по поверхности исследуемого образца.

Программируемый контроллер 5 содержит два ПОД ШИМ - регулятора температуры, дискретные выходы которых обеспечивают автоматическую или ручную работу установки в соответствии с заданными циклограммами и алгоритмами работы и вход для обработки сигнала, который поступает из АЦП.

Блок питания установки 12 собран на базе силового тороидального трансформатора и линейных стабилизаторов напряжения без высокочастотного шума, свойственного импульсным источникам питания, что повышает точность измерений.

Измерительный блок по каналу USB подключен к персональному компьютеру 3, где задаются циклограммы измерений, происходят необходимые вычисления, строятся соответствующие графики, формируются протоколы измерений.

При использовании измерительного блока, разработанного для диапазона температур 30 – 500 °С, созданная система работает следующим образом.

Один терморегулятор контроллера через ключ управляет нагревателем термостата, который поддерживает фоновую температуру T_0 с погрешностью не более ± 0.1 °С. Величина фоновой температуры задается на входе регулятора из заданной в компьютере таблицы. Вторым терморегулятором экранного нагревателя поддерживается нулевая разность температур между эталонным и экранным нагревателями с погрешностью не более ± 0.1 °С. Электронный коммутатор с помощью источника регулируемого тока обеспечивает прямой, реверсный и знакопеременный ток через образец. Синхронный детектор выпрямляет знакопеременные напряжения на образце, если электропроводность измеряется на знакопеременном токе. Аналого-цифровой преобразователь измеряет фоновую температуру, температуры термодпар-зондов, падение напряжения между зондами, ток через образец, напряжение и ток через эталонный нагреватель. Все измеренные сигналы поступают в контроллер, где нормируются на конкретные физические величины, а затем поступают в персональный компьютер для вычислений и построения графиков в заданном диапазоне температур. Последовательность измерений и временные интервалы между ними задаются в циклограмме, которую формирует оператор перед началом измерений.

Технические характеристики разработанной системы позволяют проводить измерение для широкого диапазона параметров исследуемых материалов: электропроводности – от

10 до 10000 Ом⁻¹см⁻¹; термоЭДС – от ±10 до ±500 мкВ/К; теплопроводности – от 0.1 до 20 Вт/(м·К) (для образцов диаметром 6-8 мм и длиной 8-13 мм).

Разработанная система является универсальной. Количество и характеристики управляющих и измерительных каналов позволяют применять ее и для других методов измерения – сравнительного метода, метода Хармана, методов исследования неоднородности слитков и дисков термоэлектрических материалов, и т.п.

Программное обеспечение для компьютеризации измерений

Система управляется компьютером с программным обеспечением «SThEM», разработанным совместно с НПП «Терекс» (г. Киев, Украина). Программа позволяет выполнять измерения в режиме реального времени, обрабатывать результат измерения, выводить данные на экран в виде графиков и таблиц, хранить их на компьютере, экспортировать в MS Excel, распечатывать, в том числе в виде паспортов измеряемых образцов.

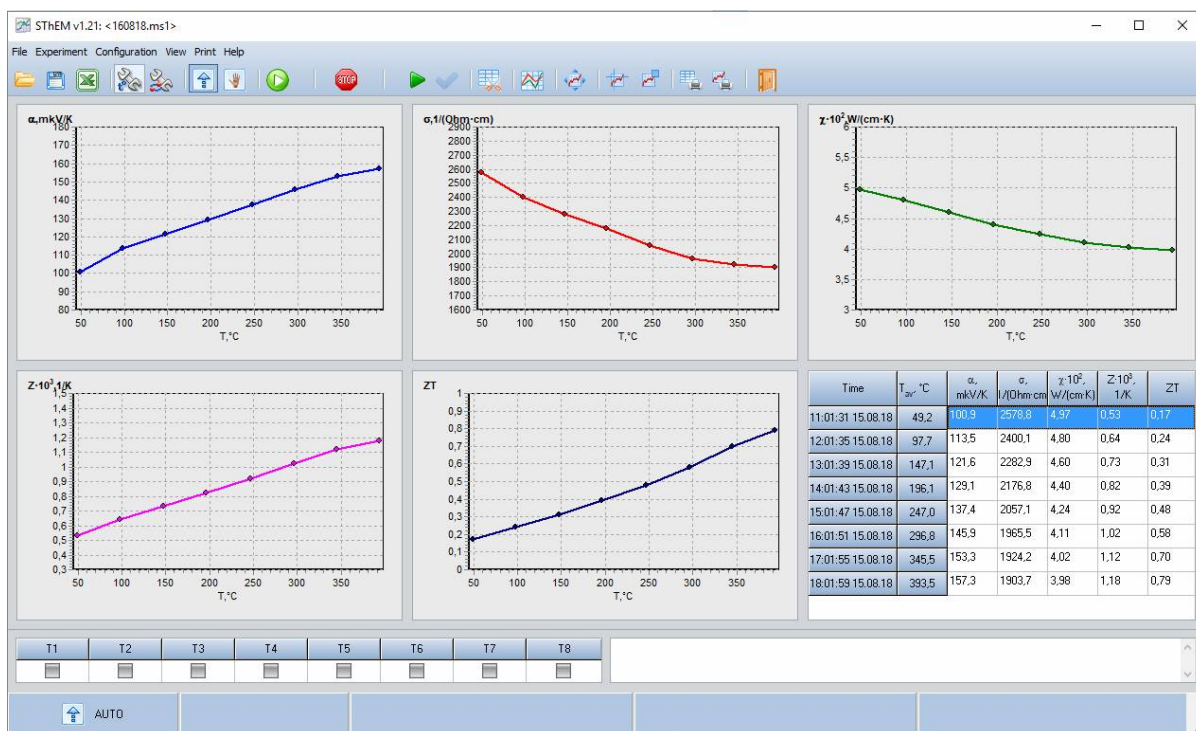


Рис. 3. Внешний вид главного окна программы SThEM для управления процессом измерений.

Программа управления измерениями «SThEM» имеет стандартную структуру, принятую в операционной системе Windows (рис. 3). Она содержит средства управления процессом измерения (окна настройки эксперимента, индикаторы включения/выключения тока через образец, питания нагревателя горячего зонда и т.п.), область графического представления результатов измерений, таблицы с измеренными величинами и рассчитанные значения свойств образца.

В программе «SThEM» также осуществляется задание параметров блока управления – настроек измерительных каналов и терморегуляторов.

Каждый из восьми измерительных каналов может быть настроен с использованием полиномиальной зависимости 7-й степени между измеренным сигналом X_i и выходным Y_i :

$$Y_i = a_0 + a_1X_i + a_2X_i^2 + a_3X_i^3 + a_4X_i^4 + a_5X_i^5 + a_6X_i^6 + a_7X_i^7, \quad (5)$$

где $a_0 - a_7$ – коэффициенты полиномов каждого канала, задаваемые оператором.

Это дает возможность с высокой точностью (до 0.1 мкВ) задать перевод ЭДС измерительных термопар в градусы в соответствии с их градуировочными характеристиками, а также коэффициенты перевода других сигналов в соответствии с используемыми эталонными сопротивлениями, делителями напряжения и т.п.

The screenshot shows a 'Task' dialog box with two main sections. The top section, 'Sample Parameters', contains several input fields: 'Sample Number' (121/2018), 'Information about the sample' (Bi-Te (01/03/2018)), 'l, sm' (0,51), 'S, sm²' (0,41), 'Sample Geometry' (L=12 mm), and 'Responsible for measuring' (Havryliuk M.V.). The bottom section, 'Temperatures Table', is a table with two columns: 'No' and 'T_{гр}, °C'. The table contains 10 rows with temperatures ranging from 25 to 250. Below the table are buttons for 'Add', 'Insert', 'Delete', 'Open', and 'Save'. At the bottom, there are 'OK', 'Cancel', and 'Help' buttons, along with a 'Demonstration Mode' checkbox.

No	T _{гр} , °C	T _{гр} , mV
1	25	
2	50	
3	75	
4	100	
5	125	
6	150	
7	175	
8	200	
9	225	
10	250	

Рис. 4. Окно задания параметров эксперимента в программе STheM.

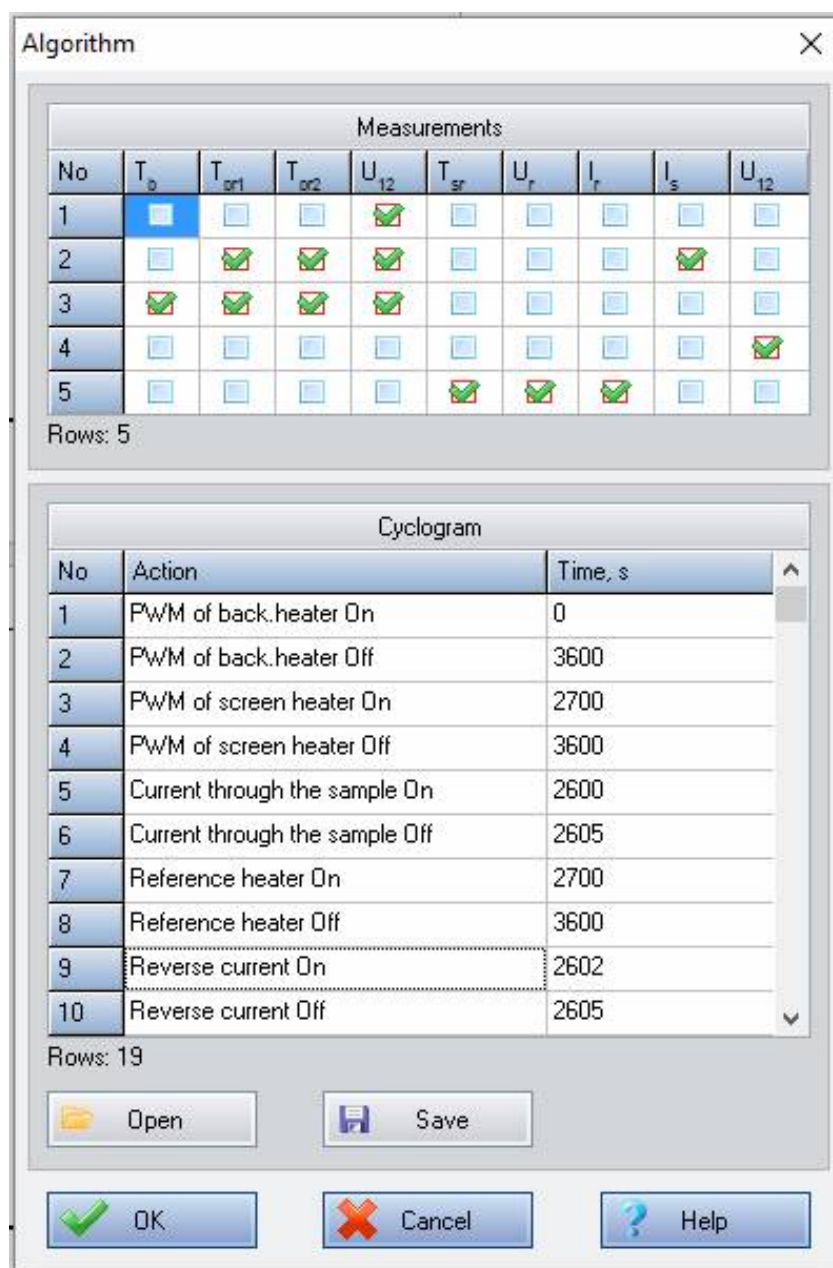


Рис. 5. Окно формирования циклограммы измерений в программе STheM.

Перед началом измерений оператор заносит информацию об исследуемом образце в окно задания параметров эксперимента (рис. 4) и выбирает нужные температуры, при которых будут в автоматическом режиме проводиться измерения.

Также программа позволяет настроить циклограмму измерений (рис. 5) – моменты записи показаний измерительных каналов, включения и выключения тока через образец, питание эталонного нагревателя и т.п.

На основе разработанной системы управления была проведена автоматизация измерительного оборудования «АЛТЕК-10001» и «АЛТЕК-10001М» для измерения термоэлектрических свойств материалов в интервалах температур 30 – 500 °С и 30 – 900 °С соответственно.

Выводы

1. Разработана универсальная электронная система управления, что позволяет реализовывать автоматизированные измерения термоэлектрических свойств материалов разными методами, в частности комплексным абсолютным методом. Автоматизированное измерительное оборудование на основе такой системы позволяет проводить измерения для широкого диапазона параметров исследуемых материалов: электропроводности – от 10 до 10000 Ом⁻¹·см⁻¹; термоЭДС – от ±10 до ±500 мкВ/К; теплопроводности – от 0.1 до 20 Вт/(м·К).
2. Создано программное обеспечение для компьютеризации процесса измерений. Программа позволяет выполнять измерения в режиме реального времени, обрабатывать их результаты, выводить результаты измерений на экран в виде графиков и таблиц, хранить их на компьютере, экспортировать в MS Excel, распечатывать паспорт исследованного образца.

Литература

1. Иоффе А.Ф. Полупроводниковые термоэлементы, М.-Л.: АН СССР, 1960 188 с.
2. Анатычук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства, К.: Наукова думка, 1979., 768 с.
3. V. Lysko. Metrology of materials and its role in development of thermoelectricity, XVI International Forum On Thermoelectricity, Paris, France, 2015.
4. Анатычук Л.И., Лысько В.В. Исследование влияния излучения на точность измерения теплопроводности абсолютным методом, Термоэлектричество – 2012. – №1, С. 67-76.
5. Анатычук Л.И., Лысько В.В. Устройство для определения электропроводности, теплопроводности и термоЭДС термоэлектрических материалов, Патент Украины № 71614, 2012.
6. Анатычук Л.И., Лысько В.В. Способы обеспечения качественных электрических и тепловых контактов при измерении параметров термоэлектрических материалов, Термоэлектричество – 2014. – №4.
7. Anatychuk L.I., Lysko V.V. On improvement of the accuracy and speed in the process of measuring characteristics of thermo-electric materials, Journal of Electronic Materials, Volume 43, Issue 10, p. 3863-3869, 2014.
8. Лысько В.В. О температурных зависимостях погрешностей измерения теплопроводности абсолютным методом, Термоэлектричество – 2016. – №2.
9. Анатычук Л.И., Лысько В.В. О повышении быстродействия при измерении теплопроводности абсолютным методом, Термоэлектричество – 2014. – №5,.

Поступила в редакцию 10.07.18

L.I. Anatychuk, acad. National Academy of Sciences of Ukraine^{1,2}

V.V. Lysko, cand. Phys.-math. sciences^{1,2}

M.V. Havryliuk, V.A. Tiumentsev

¹Institute of Thermoelectricity of the NAS and MES of Ukraine,

1 Nauky str., Chernivtsi, 58029, Ukraine,
e-mail: anatykh@gmail.com

²Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University,
2, Kotsiubynsky str., Chernivtsi, 58012, Ukraine

AUTOMATION AND COMPUTERIZATION OF MEASUREMENTS OF THERMOELECTRIC PARAMETERS OF MATERIALS

The results of development of the automation system for measuring the thermoelectric properties of materials and their data processing are presented. The measurement control unit is based on a multichannel analog-to-digital converter. Measurement process control, processing and display of results are carried out using a computer to which the measurement unit is connected via a standard USB channel. The results are displayed as graphs and tables. The developed automation system is universal and allows realizing both classic stationary methods of measuring thermoelectric properties of materials and complex measurement algorithms with increased speed. An example of using the developed system to determine the thermoelectric properties of a material by the complex absolute method is given. Bibl. 9, Fig. 5.

Key words: electrical conductivity, thermoEMF, thermal conductivity, thermoelectric material, automation, computerization.

References

1. Ioffe A.F. (1960). *Poluprovodnikovyye termoelementy (Semiconductor thermoelements)*. Moscow-Leningrad: AN SSSR [in Russian].
2. Anatykhuk L.I. (1978). *Termoelementy i termoelektricheskiye ustroystva (Thermoelements and thermoelectric devices)*. Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
3. V. Lysko. (2015). Metrology of materials and its role in development of thermoelectricity. *Proc. of XVI International Forum on Thermoelectricity*. (Paris, France, 2015).
4. Anatykhuk L.I., Lysko V.V. (2012). Investigation of the effect of radiation on the precision of thermal conductivity measurement by the absolute method. *J. Thermoelectricity*, 1, 67-76.
5. *Patent of Ukraine № 71614* (2012). Anatykhuk L.I., Lysko V.V. Device for determining the electrical conductivity, thermal conductivity and thermoEMF of thermoelectric materials [in Ukrainian].
6. Anatykhuk L.I., Lysko V.V. (2014). Methods for assuring high quality electric and thermal contacts when measuring parameters of thermoelectric materials. *J. Thermoelectricity*, 4.
7. Anatykhuk L.I., Lysko V.V. (2014). On improvement of the accuracy and speed in the process of measuring characteristics of thermoelectric materials. *J. Electronic Materials*, 43(10), 3863-3869.
8. Lysko V.V. (2016). On the temperature dependences of errors in measuring thermal conductivity by the absolute method. *J. Thermoelectricity*, 2.
9. Anatykhuk L.I., Lysko V.V. (2014). Increasing the rapidity of thermal conductivity measurement by the absolute method. *J. Thermoelectricity*, 5.

Submitted 10.07.18