

Анатычук Л.И.^{1,2}, Гаврилюк Н.В.¹, Лысько В.В.¹, Тюменцев В.А.¹

¹Институт термоэлектричества НАН и МОН Украины, ул. Науки, 1,
Черновцы, 58029, Украина;

²Черновицкий национальный университет им. Юрия Федьковича,
ул. Коцюбинского, 2, Черновцы, 58000, Украина

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС «АЛТЕК-10003» ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЛИТКОВ МАТЕРИАЛОВ

Представлены результаты разработки автоматизированной системы «АЛТЕК-10003», предназначенной для автоматизации процесса измерений свойств термоэлектрических материалов в виде стержней и обработки их результатов. Блок управления содержит многоканальный аналого-цифровой преобразователь, систему перемещения измерительных зондов, систему терморегулирования и источники питания элементов измерительного блока. 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. Приведенные примеры использования разработанной системы управления измерительной системой для определения распределений термоэлектрических свойств материала в стержнях, а также анализ точности и воспроизводимости результатов.

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

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.

Введение

Общая характеристика проблемы. Наилучшими материалами, которые используются в термоэлектрических модулях для холодильной техники, в настоящее время остаются соединения висмута (Bi_2Te_3 , Bi_2Se_3 , Bi_2Sb_3) и их твердые растворы. Для получения таких термоэлектрических материалов в промышленных условиях распространенными методами являются зонная перекристаллизация и экструзия [1]. В первом случае, в результате сегрегации

примесей в процессе выращивания и других факторов, полученный материал является неоднородным, особенно на концах стержней. Для экструдированного материала также характерны значительные искажения однородности в начале стержня, когда условия процесса еще не стабилизировались.

Поэтому важную роль при изготовлении модулей играет контроль качества термоэлектрического материала. При этом одной из важнейших задач при создании оборудования для контроля качества является его быстродействие и независимость от субъективных факторов. Для этого является полезным полная автоматизация процессов измерения.

Анализ литературы. Выбор материала с необходимыми свойствами в лабораторных условиях обычно осуществляется путем измерения распределений электропроводности и термоЭДС вдоль слитка.

В основу определения электропроводности положено двухзондовый метод измерения, при котором ток пропускается через торцевые поверхности слитка, а электрический потенциал на его поверхности измеряется двумя подвижными зондами с известным расстоянием между ними [2, 3]. Электропроводность определяется по значениям тока и разности потенциалов между зондами с учетом геометрических размеров (площади сечения слитка и расстояния между зондами). Такой метод считается общепризнанным для исследования стержней полупроводникового материала (международный стандарт SEMI MF397-02 «Test Method for Resistivity of Silicon Bars Using a Two-Point Probe»).

В основу определения коэффициента термоЭДС положен метод горячего зонда [4]. Один из двух зондов нагревается относительно другого и при контакте со слитком между ними возникает термоЭДС. Коэффициент термоЭДС определяется как отношение образованной термоЭДС к разнице температур между зондами.

Для повышения производительности экспресс-измерений, электропроводность и термоЭДС измеряют в одном цикле, при одном спуске зондов, один из которых нагрет (рис. 1). Для исключения термоЭДС при определении электропроводности, измерения проводят при двух направлениях тока или на знакопеременном прямоугольном меандре тока.

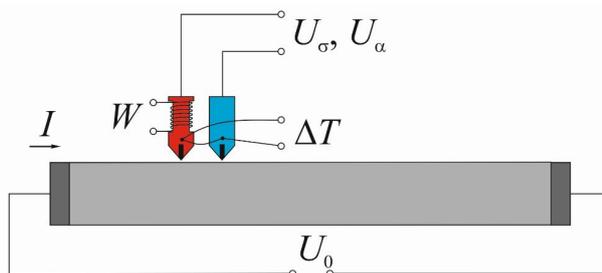


Рис. 1. Схема измерения электропроводности и термоЭДС слитков.

В Институте термоэлектричества НАН и МОН Украины была проведена серия исследований, направленных на создание высокоточных методов и оборудования для измерения свойств слитков термоэлектрических материалов. Результатами этих исследований стали новые методы уменьшения погрешностей измерений и оборудования на их основе для точного измерения электропроводности и термоЭДС материалов в виде слитков [5-9]. Достигнутые погрешности разработанного оборудования следующие: электропроводности – до 1%, термоЭДС – до 1.5%. Создано также методика определения теплопроводности слитков в

динамических условиях.

Для слитка длиной 300 мм при шаге в 10 мм при четырех углах поворота слитка необходимо провести более ста измерений. При позиционировании зондов и проведении измерений вручную для полного цикла измерений может потребоваться до четырех часов. Кроме того, в этом случае возможны субъективные ошибки в работе оператора при позиционировании зондов, считывании показаний приборов, расчетах, построении графиков.

Поэтому особенно важной задачей при разработке такого оборудования является автоматизация процесса измерений, позволяющая не только избежать возникновения субъективных ошибок, но и значительно повысить быстродействие измерений. Автоматизация также способствует идентичности условий измерений, а значит и повышению точности измерений.

Целью работы является создание системы управления измерениями и перемещением зондов для автоматизации процессов определения термоэлектрических свойств, обработки и отображения их результатов.

Описание конструкции измерительного оборудования.

Исходными при разработке автоматизированного измерительного оборудования были следующие основные технические требования: длина слитков – 50-400 мм, их диаметр – 6-30 мм; минимальная дискретность отсчета координаты вдоль оси слитка – 0.1 мм; минимальная дискретность отсчета угла поворота слитка – 1 градус. Установка должна работать под управлением компьютера, которым устанавливается задание на измерение, необходимые вычисления и их усреднения, строятся графики, заполняются таблицы, сохраняются и печатаются результаты

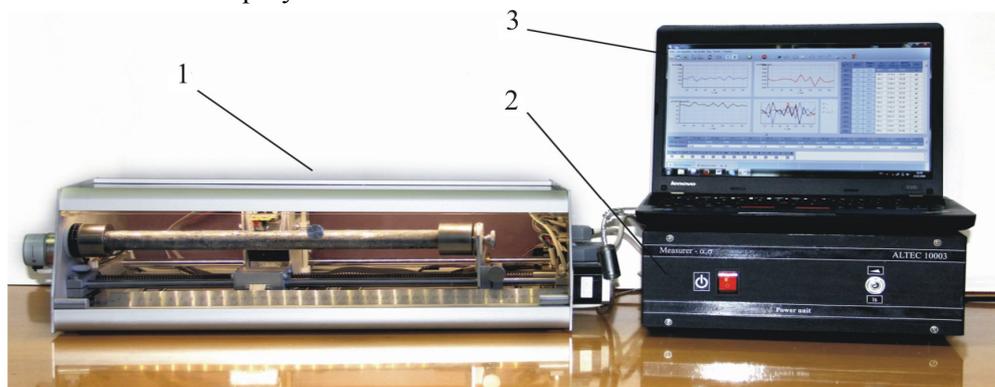


Рис. 2. Установка для измерения термоэлектрических параметров стержней полупроводникового материала «АЛТЕК-10003».

1 – измерительный блок (держатель стержней); 2 – блок управления;
3 – компьютер с программным обеспечением.

Конструкцией предусмотрены постоянство расстояния между зондами, температуры горячего зонда, усилие прижима зондов к образцу, одинаковое время при измерении термоЭДС и время подачи тока при измерении электропроводности. Для обеспечения одинаковых температурных условий измерений в блоке установки предусмотрена система термостабилизации с возможностью подогрева на 5-10 градусов выше комнатной температуры.

Весь процесс измерения управляется с помощью компьютерных программ высокого уровня, которые работают вместе с микропрограммами низкого уровня АЦП блока управления.

Внешний вид такой установки – «АЛТЕК-10003» - приведен на рис. 2. Она состоит из

трех блоков: измерительного – держателя стержней, блока управления и компьютера. На рис. 3 приведена ее блок-схема.

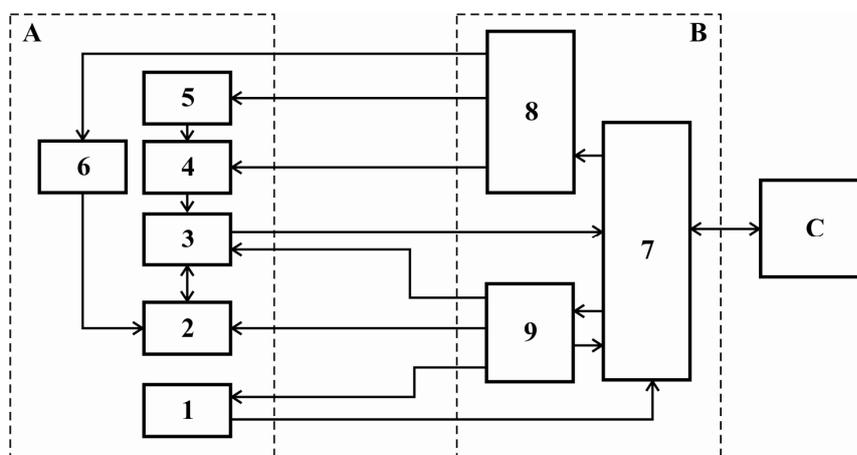


Рис. 3. Блок-схема установки «АЛТЕК-10003» для измерения термоэлектрических свойств стержней материала.

A – измерительный блок, B – блок управления, C – компьютер;

1 – термостат корпуса, 2 – стержень термоэлектрического материала, 3 – измерительные зонды, 4 – механизм перемещения зондов, 5 – механизм перемещения каретки, 6 – механизм поворота стержня, 7 – микроконтроллер с вмонтированным АЦП, 8 – источники питания и драйвера шаговых двигателей, 9 – измерительный узел.

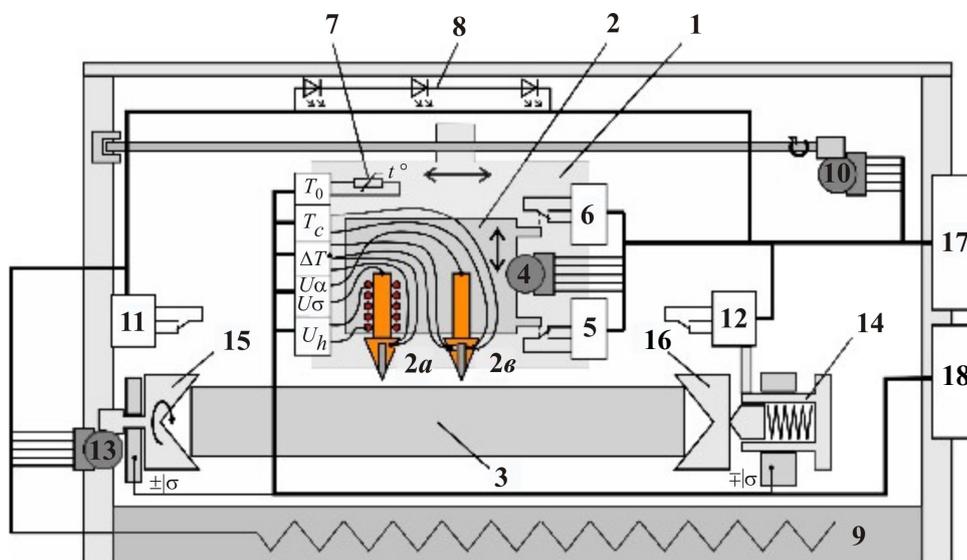


Рис. 4. Функциональная схема измерительного блока установки «АЛТЕК-10003».

1 – подвижная каретка, 2 – измерительный узел, 2a – «горячий» зонд, 2b – «холодный» зонд,

3 – стержень термоэлектрического материала, 4 – шаговый двигатель механизма поднятия-опускания зондов, 5, 6 – конечные переключатели верхнего и нижнего положения зондов, 7 – датчик температуры окружающей среды, 8 – светодиодная подсветка измерительного блока, 9 – нагреватель корпуса измерительного блока, 10 – шаговый двигатель механизма продольного перемещения каретки, 11, 12 – конечные переключатели механизма продольного перемещения каретки, 13 – шаговый двигатель механизма вращения стержня, 14 – механизм прижатия и фиксации стержня, 15, 16 – конические токоподводы, 17, 18 – разъемы подключения измерительного блока к блоку управления измерениями.

Основным блоком в установке является измерительный блок, которым осуществляется весь процесс первичного измерения и состоящий из черенка стержня и измерительных зондов. На рис. 4 приведена его функциональная схема.

Измерительный блок размещен в алюминиевом корпусе с передней прозрачной откидной крышкой, который кроме конструктивного несущего элемента выполняет функцию и термостата. В его дне размещены нагревательные элементы, позволяющие поддерживать температуру воздуха внутри корпуса на уровне 300 К. При измерении стержень термоэлектрического материала устанавливается в держатель, который состоит из двух соосных токоподводов, один из которых (правый) является подвижным вдоль оси стержня и имеет элементы его прижима и фиксации.

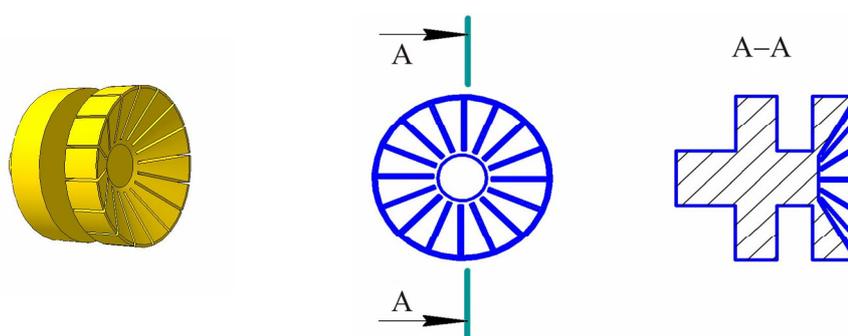


Рис. 5. Вид и конструкция токоподводов.

Для самоцентрирования стержней токоподводы сделаны в виде разрезанных конусов (рис. 5). Они имеют радиальные пазы, которые разделяют прижимную поверхность на 16 секторных частиц, которыми обеспечивается контакт с реальной формой торцов стержня. Этим обеспечивается как минимум 16 точек электрического контакта для каждого торца стержня с токоподводами. На боковых стенках корпуса смонтированы механизмы продольного перемещения измерительных зондов и поворота самого стержня вокруг своей оси.

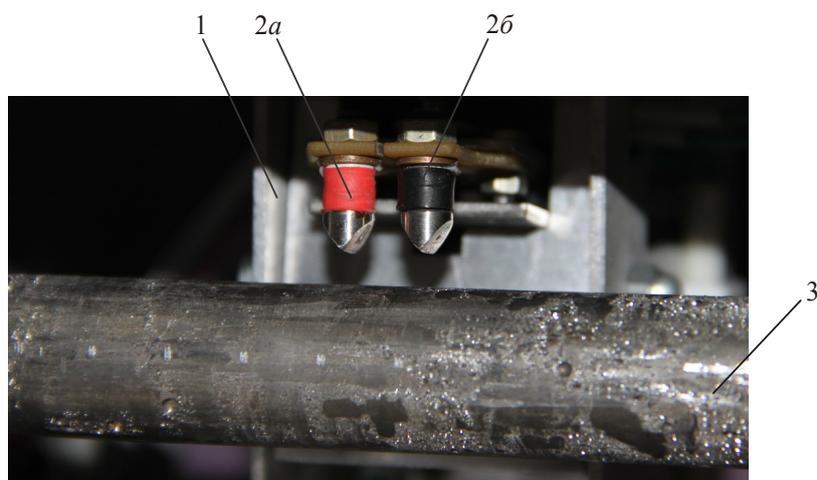


Рис. 6. Измерительный узел.

1 – подвижная каретка, 2а – «горячий» зонд,
2б – «холодный» зонд, 3 – слиток.

Измерительный узел установлен на подвижной каретке (рис. 6). На ней расположена измерительная головка с двумя зондами. Она предназначена для проведения электрических и температурных измерений и содержит два жестко закрепленных ножеподобных зонда: один с подогревом – «горячий зонд» (2а), второй без подогрева – «холодный зонд» (2б). Для уменьшения погрешностей в определении температуры зоны контакта зонда с поверхностью стержня зонды изготовлены из материала с высокой теплопроводностью (меди). Для увеличения износостойкости в зонды вмонтированы ножеподобные вольфрамовые пластины.

В каретке расположен также механизм подъема-опускания зондов, который состоит из шагового двигателя с редуктором и конечные выключатели верхнего и нижнего положения зондов.

Автоматизация процесса измерений осуществляется блоком управления, который управляет перемещением зондов в измерительном блоке, обеспечивает стабилизированным напряжением и токами элементы электрической схемы измерительного блока. Измерения напряжений и термоЭДС производится с помощью 8 канального 24 разрядного АЦП, который передает измеренные напряжения по USB интерфейсу к компьютеру. Блок управления содержит измерительный узел, микроконтроллерный узел и силовой узел. Элементы силового узла для управления двигателями состоят из трех одинаковых драйверов шаговых двигателей, которыми перемещаются измерительные зонды в горизонтальном и вертикальном направлениях и поворачивается стержень.

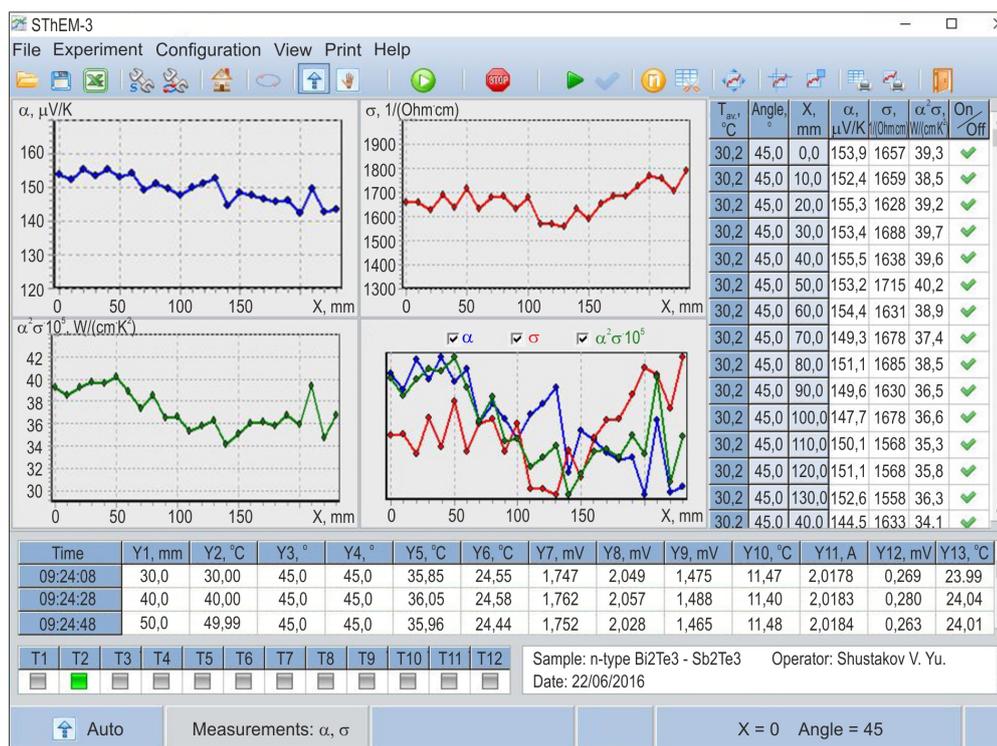


Рис. 7. Главное окно программы управления измерениями «SThEM-3».

Установка управляется компьютером с программным обеспечением «SThEM-3» (Semiconductor ThermoElectric Material), 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, сохранять их на компьютере, экспортировать в MS Excel, распечатывать.

Программа управления измерениями «SThEM-3» имеет стандартную структуру, принятую в операционной системе Windows. Вид главного окна программы приведен на рис. 7. Оно содержит средства управления процессом измерения (кнопки вызова окон настройки эксперимента, индикаторы включения / выключения тока через образец, питание нагревателя горячего зонда и т.д.), область построения графиков результатов измерений, таблицы с измеренными величинами и рассчитанные значения свойств стержня. Также отображается информация о стержне, что внесена самим оператором.

Программное обеспечение позволяет работать в «ручном» и «автоматическом» режимах.

В «ручном» режиме пользователь имеет возможность установить зонды в любом месте исследуемого стержня, провести измерения и вычисления с привязкой к координатам стержня. В «ручном» режиме также может быть проведено определение теплопроводности слитка. Для этого на одном из торцов стержня нужно разместить специальное устройство, конструкция которого приведена на рис. 8.

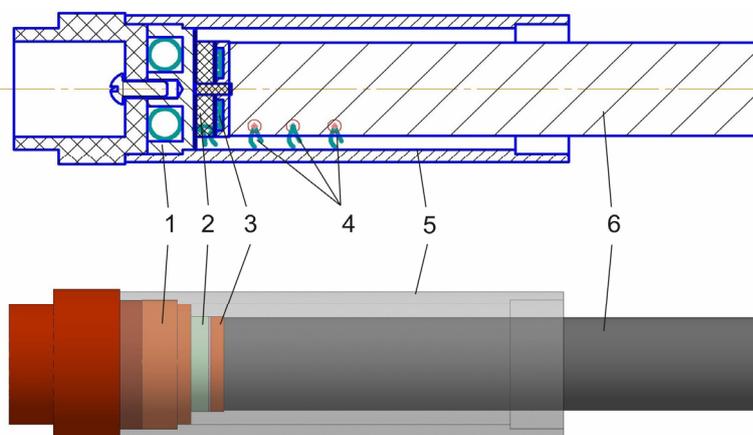


Рис. 8. Конструкция устройства для измерения теплопроводности.

Устройство состоит из эталонного нагревателя образца 3, стержня с термоэлектрического материала 6 с установленными термопарами-зондами 4. Для уменьшения тепловых потерь и обеспечения воспроизводства одинаковых тепловых условий при измерениях устройство снабжено экраным нагревателем 1, дифференциальной «ноль-термопарой» 2 и экранной трубкой 5.

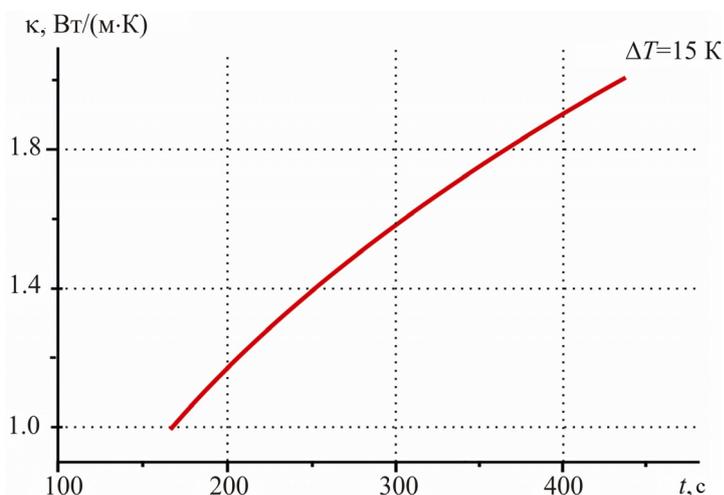


Рис. 9. Градуировочная зависимость для определения теплопроводности.

Градуировочную зависимость, полученную компьютерным моделированием для заданной конструкции устройства приведено на рис. 9.

В «автоматическом» режиме пользователь формирует задачи в виде таблицы координат, по которым установка автоматически выполняет по заданной циклограмме серию измерений, вычисляет электрофизические параметры материала с привязкой их к координатам стержня.

Результат вычислений заносится в таблицу и одновременно строится график зависимости величины от координаты измерения. В таблице можно усреднить результаты по всем углам поворота, сохранить и распечатать таблицы и графики.

Необходимо отметить, что аппаратная и программная часть установки разработана с возможностью проводить измерения, как на стержнях, так и на плоских образцах любых размеров, например, дисках. Для этого нужно только изменить черенок образца и установить соответствующие коэффициенты в программном обеспечении.

Экспериментальные исследования автоматизированного оборудования «АЛТЕК-10003» для измерения свойств слитков термоэлектрических материалов.

Совместно с Государственным предприятием «Буковинастандартметрология», была разработана и утверждена программа и методика метрологической аттестации установки «АЛТЕК-10003». Установлено, что относительная погрешность при измерении электропроводности – не более 0.5%, при измерении термоЭДС – не более 1%, что соответствует ожидаемым значениям, полученным с помощью компьютерного моделирования.

Также было определено быстродействие и производительность оборудования. Установлено, что одно измерение занимает 20 секунд. Соответственно, для измерения стержня длиной 30 см при четырех углах его оборота и при шаге 10 мм необходимо 40 минут.

Таблица

Сравнение значений теплопроводности, полученных с помощью установки «АЛТЕК-10003», со значениями теплопроводности, полученными абсолютным методом на установке «АЛТЕК-10001»

№ стержня п/п	Значение теплопроводности, которое определено на установке «АЛТЕК-10003», κ, Вт/(м·К)	Значение теплопроводности, которое определено на установке «АЛТЕК-10001», κ ₀ , Вт/(м·К)	Отклонение, %
<i>Bi₂Te₃-Sb₂Te₃ n-типа</i>			
1	1.8	1.93	7.0
2	1.4	1.54	9.1
3	1.6	1.74	8.0
<i>Bi₂Te₃-Sb₂Te₃ p-типа</i>			
4	1.6	1.77	9.6
5	1.7	1.85	8.0
6	1.8	1.93	6.7

Проведено также исследования погрешности при определении теплопроводности. Для этого значения теплопроводности, полученные при измерении на стержнях, сравнивались со значениями теплопроводности образцов, вырезанных из этих же стержней и измеренных на установке «АЛТЕК-10001» абсолютным методом. Результаты сравнения приведены в таблице.

Как видно из таблицы, погрешность при определении теплопроводности на установке «АЛТЕК-10003» отличается от измерений абсолютным методом на 7-10%.

Системные автоматизированные измерения стержней полезны для оптимизации состава и режимов получения термоэлектрических материалов.

Применение такого оборудования особенно привлекательно в промышленных условиях. Одной установкой «АЛТЕК-10003» может быть осуществлено за год контроль качества около 1500 кг термоэлектрического материала. Внедрение такого контроля позволяет не только удалить с технологии изготовления модулей бракованные стержни. Определение $\alpha^2\sigma$ вдоль стержней дает возможность надежно и с минимальными потерями найти места некачественного материала на их концах, которые подлежат удалению. Топография $\alpha^2\sigma$ позволяет также определить места на стержнях, где качество материала высокое, среднее или сниженное. С учетом одинаковых значений электропроводности такая разбраковка дает возможность выбирать термоэлектрический материал для модулей повышенного, среднего и пониженного качества. При этом модули повышенного качества должны иметь лучшие показатели, чем изготовленные без использования автоматизированного контроля качества.

Использование автоматизированного комплекса «АЛТЕК-10003» в производственных условиях подтвердило его эффективность. Исследования проводились в компании «Алтек-М». Типовые зависимости свойств стержней приведены на рис. 10. На рисунке видна часть слитка 1 с максимальным значением $\alpha^2\sigma$, часть 2 со значениями $\alpha^2\sigma$, что соответствуют усредненному значению качества модулей без разбраковки, часть 3, в которой значение $\alpha^2\sigma$ несколько ниже, чем усредненные и часть 4 с неудовлетворительными значениями $\alpha^2\sigma$. Последние изымаются из технологического процесса изготовления модулей. Такое распределение материала по его качеству обеспечивает изготовление модулей со значениями $\Delta T_{\max} = 75 - 73$ К с части слитка 1, 72-70 К с части 2 и 69-68 К с части 3.

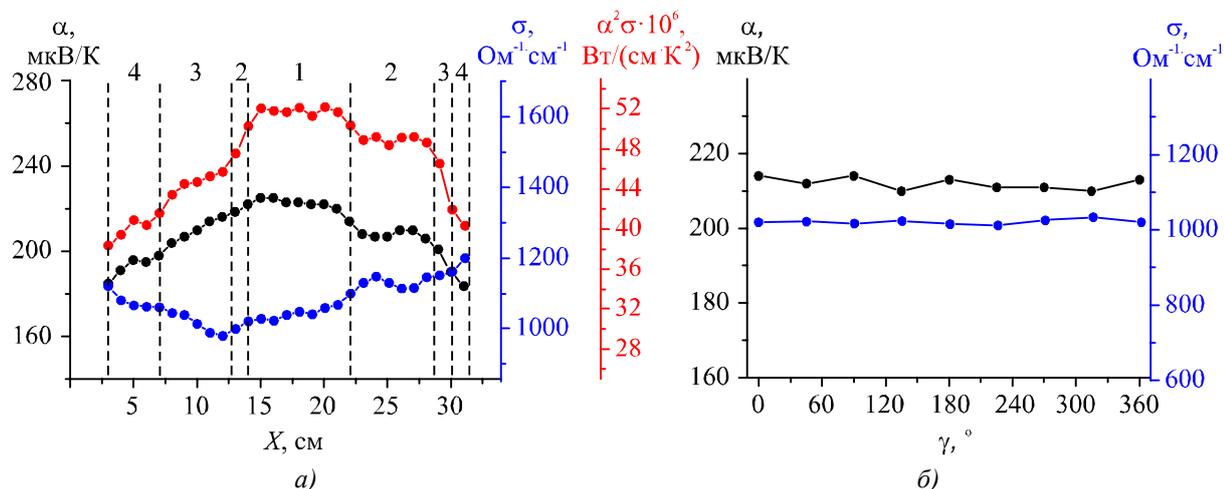


Рис. 10. Распределения коэффициента термоЭДС и электропроводности в стержне термоэлектрического материала *n*-типа на основании твердого раствора $Bi_2Te_3-Sb_2Te_3$, полученного методом вертикальной зонной плавки (а – по длине X стержня, б – по углу γ поворота стержня).

Таким образом, использование автоматизированных измерений при промышленном изготовлении модулей позволяет получать модули повышенного качества и отбраковывать некачественный материал.

Выводы

1. Государственной метрологической аттестацией автоматизированного измерительного комплекса «АЛТЕК-10003» установлено, что относительная погрешность при измерении электропроводности – не более 0.5% и не более 1% при измерении термоЭДС, что соответствует значениям, полученным с помощью компьютерного моделирования.
2. Путем сравнения результатов измерений теплопроводности слитков термоэлектрических материалов на установке «АЛТЕК-10003» со значениями теплопроводности образцов, вырезанных из этих слитков и измеренных на установке «АЛТЕК-10001» абсолютным методом было установлено, что погрешность определения теплопроводности разработанным устройством находится в пределах 7-10%.
3. Подтверждена эффективность использования измерительного комплекса «АЛТЕК-10003» в производственных условиях. Установлено, что внедрение автоматизированного контроля качества материала позволяет не только извлекать из технологического процесса изготовления модулей некачественный материал, но и получать модули повышенного качества – с ΔT_{\max} ориентировочно на 2-4 К выше.

Литература

1. Гольцман Б.М., Кудинов В.А., Смирнов И.А. Полупроводниковые термоэлектрические материалы на основе Bi_2Te_3 // М.: Наука, 1972. – 320 с.
2. Епремян А.О., Арутюнян В.М., Ваганян А.И. Добротность современных полупроводниковых термоэлектрических материалов // Альтернативная энергетика и экология. – 2015, №5. – С. 7-18.
3. Анатычук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства // К.: Наук. думка, 1978. – 768 с.
4. Охотин А.С., Пушкарский А.С., Боровикова Р.П., Симонов В.А. Методы измерения характеристик термоэлектрических материалов и преобразователей. – М.: Наука, 1974. – 167с.
5. Анатычук Л.И., Димитрашук В.Т., Лусте О.Я., Мельник А.П. Зондовый метод определения ТЭДС эпитаксиальных пленок // ПТЭ. – 1971. – №2. – С. 239-240.
6. Разиньков В.В. Оборудование для определения параметров слитков термоэлектрических материалов // Термоэлектричество. – 2002. – №4. – С. 70-79.
7. Анатычук Л.И., Лысько В.В. Высокоточный метод измерения электропроводности стержней термоэлектрических материалов // Термоэлектричество – 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. Анатычук Л.И., Гаврилюк Н.В., Лысько В.В., Тюменцев В.А. Автоматизированное оборудование для измерения свойств стержней термоэлектрических материалов // Термоэлектричество. – 2015. – №4. – С. 83-88.
10. Патент Украины №38470. МПК G01R 27/00 // Анатычук Л.И., Лысько В.В. Заявка от 11.08.2008. Оpubл. 12.01.2009, Бюл. №1.

Поступила в редакцию 10.02.2016.