

УДК 372.853:004.94

DOI: 10.15587/1729-4061.2021.227135

Особливості розробки спеціалізованої інформаційно-вимірювальної системи для дослідження термоелектричних властивостей напівпровідників

Р. Б. Дунець, Б. С. Дзундза, Л. В. Туровська, М. Ф. Павлюк,
О. П. Поплавський

Проаналізовано та вибрано оптимальні для реалізації програмно-апаратних засобів методи дослідження термоелектричних параметрів напівпровідників. За основу взято метод Хармана та його модифікації, адаптовані для імпульсних вимірювань, які зручно реалізувати на сучасній елементній базі. Важливою перевагою даних методів є відсутність необхідності проведення точних вимірювань теплових потоків, що значно спрощує та зменшує час проведення експериментальних досліджень.

Визначені необхідні робочі діапазони за напругою 10 мкВ–1 В, за струмом 10 мкА–300 мА та швидкодія елементної бази на рівні опрацювання 40–200 мільйонів вибірок в секунду. Розроблена структурна та електрична схеми і програмне забезпечення спеціалізованої комп'ютерної системи для дослідження термоелектричних параметрів як масивних, так і тонкоплівкових термоелектричних матеріалів, а також експрес аналізу експлуатаційних характеристик готових модулів. Показано, що запропонована схема добре справляється з поставленою задачею. А застосування FPGA і 32 розрядні мікроконтролери забезпечують достатню швидкодію для опрацювання до 200 MSPS і необхідні режими синхронізації для реалізації імпульсного методу Хармана навіть при дослідженні плівок нанометрової товщини.

Проведено експериментальні дослідження як масивних термоелектричних модулів на основі Bi_2Te_3 так і тонкоплівкового термоелектричного матеріалу на основі PbTe . Показано ефективність розроблених засобів і методик, які дали можливість більш ніж у двічі зменшити час на підготовку зразків та проведення експерименту. На основі представлених моделей визначено всі основні термоелектричні та експлуатаційні параметри, зокрема питому електропровідність, коефіцієнт Зеєбека, теплопровідність, термоелектричну добротність.

В результаті розроблення спеціалізованих комп'ютерних засобів вдалося зменшити трудомісткість процесу вимірювання основних електричних та експлуатаційних параметрів напівпровідникових термоелектричних матеріалів та модулів перетворення енергії на їх основі, а також автоматизувати процес дефектування термоелектричних модулів. Трудомісткість процесу дослідження зменшилася не тільки завдяки автоматизації процесу вимірювання, а і завдяки оптимізованій методиці, яка дає можливість проводити дослідження на зразку однієї конфігурації, так як найбільш трудомісткими є виготовлення і підготовка зразків.

Ключові слова: комп'ютерні засоби, інформаційно-вимірювальні системи, обробка сигналів, мікроконтролерні системи, схемотехніка, швидкодія, термоелектричні властивості, дефектування.

1. Вступ

Загострення екологічних проблеми призвело до постійно зростаючого інтересу наукової спільноти до альтернативної енергетики, зокрема до термоелектричних напівпровідникових перетворювачів енергії. Напівпровідникові тонкі плівки і наноматеріали представляють великий інтерес для практичного застосування, завдяки можливості незалежного підвищення коефіцієнту Зеєбека (S) і зниження теплопровідності (κ) за допомогою наноструктурування матеріалу. Такі дослідження вимагають вимірювання питомої електропровідності, коефіцієнту Зеєбека, теплопровідності, що при застосуванні класичних методик є досить трудомісткою задачею, так як необхідні зразки різної конфігурації. Бурхливий розвиток комп'ютерних технологій та мікроелектроніки призвів до появи великої кількості автоматизованих і комп'ютеризованих лабораторних приладів для наукових експериментів. Розроблено велику кількість універсальних засобів для лабораторних досліджень, але через вузьку спеціалізація термоелектричних досліджень не завжди вдається їх ефективно використовувати. Актуальною задачею є адаптація методів та розробка засобів, як для дослідження основних термоелектричних параметрів напівпровідникових матеріалів, так і експрес методів визначення експлуатаційних характеристик термоелектричних модулів перетворення енергії.

2. Аналіз літературних даних і постановка проблеми

Термоелектричні матеріали багато років використовуються як надійна твердотільна технологія для застосувань, починаючи від локального охолодження до використання відходів тепла [1]. Досягнення останніх років в синтезі напівпровідникових матеріалів призвели до поліпшення перетворення теплової енергії в електричну за рахунок наноструктурування матеріалів, та розширили межі застосування термоелектричної енергії [2, 3]. Також, шляхом легування, отримано стабільний в часі наноструктурований матеріал з високою електропровідністю [4]. Для дослідження термоелектричних властивостей найчастіше використовувані прямі методи вимірювань, які потребують градієнтного нагрівника [5] і точного підтримування і вимірювання невеликого градієнту температури, що вносить значну похибку у оцінку термоелектричної добротності. Дані проблеми проектування приладів та аналізу експериментальних даних розглянуті в роботах [6, 7]. При похибці вимірювань окремих термоелектричних параметрів близько 5 % середня похибка вимірювання добротності складає 20 %. Також проблеми підвищення точності сенсорів для вимірювання фізичних величин при низьких температурах описують автори [8]. Досить детально описали методику та засоби високотемпературних (1000 K) термоелектричних вимірювань автори [9]. Незважаючи на простоту методів вимірювання, їх практична реалізація досить складна, особливо при високих температурах. Це призводить до великих похибок у визначенні властивостей, ускладнює порівняння результатів, отримані різними групами і порівняння ефективності нових термоелектричних матеріалів. У роботі [10] представлена система для прямих досліджень термоелектричних характеристик диференціальним методом на основі плат розширення LabVIEW (National Instruments, США), прицезійного електро-

метра, з використанням хромель-алюмелевої термопари для вимірювання різниці температур, створеної градієнтним нагрівником.

Автори [1, 11] показали, що перспективними є дослідження термоелектричних параметрів на основі методу Хармана і його модифікацій, які значно дозволяють отримати всі основні характеристики на одному зразку, не викликають деградацію досліджуваного матеріалу. Дані методи вимагають розробки швидкодіючих засобів дослідження і обробки отриманих результатів. Авторами [11] для вимірювання термоелектричної добротності розроблено систему на основі швидкодіючого цифрового осцилографа з можливістю передачі даних на комп'ютер для подальшого опрацювання.

Виходячи з аналізу існуючих методів та засобів, можна зробити висновок що кожний з них вирішує певну задачу в термоелектриці, але не дає можливості зручно і ефективно досліджувати весь комплекс термоелектричних характеристик. А необхідність підготовки зразків різної конфігурації значно збільшує трудомісткість досліджень. Враховуючи недоліки існуючих засобів, розроблені програмно-апаратні засоби, які дозволяють в одному технологічному циклі неруйнівними методами отримати всі необхідні параметри досліджуваного зразка. Зокрема питому електропровідність, коефіцієнт Зеєбека, коефіцієнт теплопровідності, сталу часу та термоелектричну добротність, а також проводити експрес контроль якості готових термоелектричних модулів за вказаними параметрами.

3. Мета і завдання дослідження

Метою роботи є розробка програмно-апаратних засобів для автоматизованих досліджень термоелектричних параметрів напівпровідникових матеріалів, що дасть можливість автоматизованого контролю якості готових термоелектричних модулів перетворення енергії.

Для досягнення поставленої мети вирішувалися наступні завдання:

- провести вибір і адаптацію методів вимірювання термоелектричних величин, визначити необхідні робочі діапазони, ресурси та швидкодія елементної бази для реалізації вимірювальної системи;
- розробити структурну та електричну схеми та провести вибір елементної бази інформаційно-вимірювальної системи для дослідження термоелектричних властивостей напівпровідникових матеріалів;
- розробити алгоритми та програмні засоби для контролю якості готових термоелектричних модулів перетворення енергії.
- за допомогою розроблених засобів провести дослідження термоелектричних властивостей напівпровідникових матеріалів.

4. Методи та моделі дослідження термоелектричних параметрів та ресурси, необхідні для реалізації інформаційно-вимірювальної системи

Для вимірювання всіх основних термоелектричних параметрів за основу було взято метод Хармана [12] та його модифікації [11, 13]. Даний метод належить до непрямих методів вимірювання і вигідно виділяються невеликим часом проведення експерименту і не потребує складних і трудомістких вимірювань теплових потоків через зразок. Крім цього метод дає можливість мінімізувати

трудомісткість та вартість досліджень, так як всі вимірювання можна реалізувати на зразку однієї конфігурації.

При пропусканні постійного струму I через зразок (рис. 1) створюється різниця температур між його кінцями ΔT . При пропусканні через зразок змінного струму достатньої частоти перенесення тепла викликаного ефектом Пельтьє не відбувається і різниця температур не виникає. Питому електропровідність вимірюють на змінному струмі, як

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

де I_{\sim} , U_{\sim} – сила струму і напруга при вимірюваннях на змінному струмі.

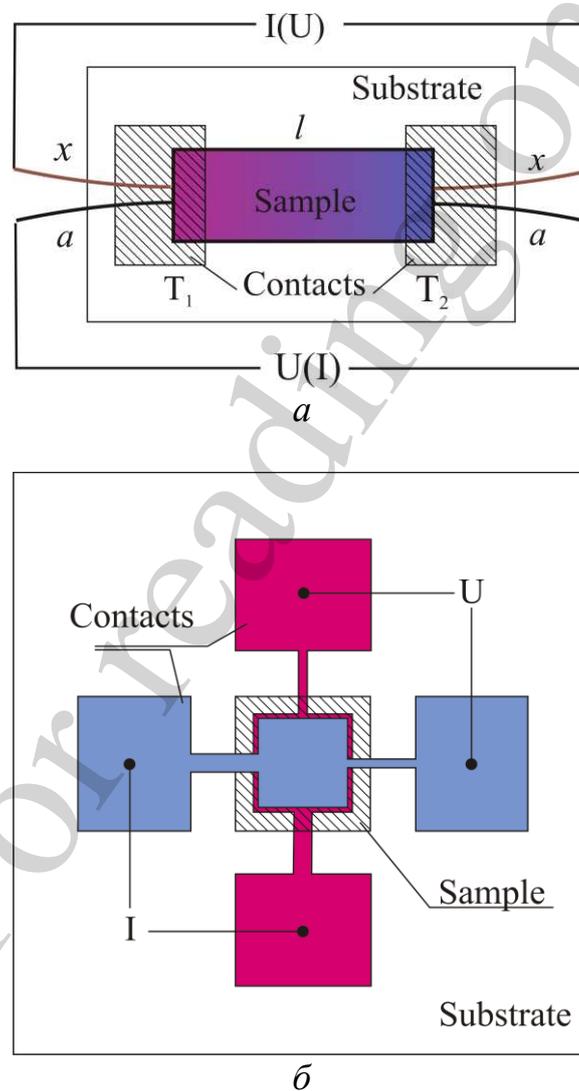


Рис. 1. Конфігурації зразків для вимірювання: a – об’ємний циліндр чи тонка плівка з контактами для пропускання струму в повздовжньому напрямку; b – тонка плівка отримана напиленням у вакуумі з напиленими металевими контактами для пропускання струму в поперечному напрямку

Якщо сили постійного і змінного струму рівні, і досить малі щоб можна було знехтувати виділенням джоулевого тепла, а також досить малий обмін теплом з навколишнім середовищем, коефіцієнт Зеебека визначається з формули

$$\alpha = \frac{U_{-} - U_{\sim}}{\Delta T}. \quad (2)$$

Коефіцієнт теплопровідності визначається, як

$$\kappa = \frac{\alpha ITl}{\Delta TS}. \quad (3)$$

Даний метод дає можливість визначати безпосередньо безрозмірну добротність матеріалу:

$$ZT = \frac{U_{-} - U_{\sim}}{U_{\sim}}. \quad (4)$$

Основним моментом, на який потрібно звернути увагу, є складність вимірювання досить малих градієнтів температури ΔT . Це пов'язано з складністю забезпечити хороший тепловий контакт зі зразком і термодатчиком, не викликавши суттєвих втрат тепла через зонди датчика. Один із варіантів оптимального підключення зразка – це використання чотиризондової схеми, по два електроди з різних металів (наприклад мідь-константан або хромель-алюмель) з кожної сторони зразка, і пропускання і зняття різниці потенціалів попарно. В деяких випадках для підвищення точності вимірювання проводять у двох напрямках струму і усереднюють. Для тонких плівок різницю температури також зручно контролювати оптичними методами, описаними в роботі [14].

У випадку аналізу поперечних властивостей тонких плівок і експрес контролю якості готових термоелектричних модулів доцільно досліджувати часову залежність напруги викликаной ефектом Пельтьє U_{α} при сталому струмі через зразок, яка апроксимується виразом:

$$U_{\alpha}(t) = U_{\alpha.st} (1 - e^{-t/\tau}), \quad (5)$$

де $U_{\alpha.st} = U_{-} - U_{\sim}$ – напруга, викликана ефектом Пельтьє в стаціонарному режимі, τ – стала часу, яка визначається теплопровідністю і теплоємністю елементів термоелектричного модуля [15]. Для однокаскадного термоелектричного модуля, холодний і гарячий теплопереходи якого знаходяться в теплообміні з навколишнім середовищем, константа часу може бути представлена як [15]:

$$\tau = \frac{Cl}{2\kappa NS}, \quad (6)$$

де C – теплоємність елементів на холодному і гарячому теплопереходах, відповідно, N – число гілок в модулі, S – площа поперечного перерізу гілки, l – довжина.

Параметр часу визначає теплові характеристики модуля і поряд з електропровідністю і термоелектричною добротністю дає можливість швидко визначати відхилення параметрів якості термоелементів. Зокрема при діагностиці термоелектричних модулів перетворення енергії можливі наступні відхилення параметрів якості (табл. 1).

Таблиця 1

Діагностична матриця дефектів термоелектричного модуля [15]

Дефект	R	Z	τ
Переплутана полярність гілок термоелектричного модуля	Не змінюється	Зменшується	Зростає
Відшарування комутаційних пластин від кераміки	Не змінюється	Не змінюється	Зростає
Тепловий і електричний контакти гілок в модулі з меніском припою	Зменшується	Не змінюється	Зменшується
Коротке замикання гілок в модулі	Зменшується	Зменшується	Зменшується
Деградація термоелектричного матеріалу модуля	Зростає	Зменшується	Не змінюється

З аналізу залежності $U_{\alpha}(t)$ (5) можна оцінити швидкодію, яку повинна мати спеціалізована комп'ютерна система. Якщо час між вимірами буде співмірний з параметром часу τ , це дозволить отримати близько 5 вимірів за час виходу в стаціонарний режим, хоча враховуючи малі рівні сигналу і наявність шумів бажано мати дещо більшу частоту дискретизації. У роботі [11] автори досліджували плівки PbTe леговані Tl, і при товщині плівки 500 нм отримали параметр часу рівний 10 мкс, при оптимальному струмі 10–20 мкА. А проведені експериментальні дослідження для напівпровідникових плівок PbTe мікрометрової товщини (1–1,5 мкм), отриманих методом відкритого випаровування у вакуумі, дають параметр часу $\tau=3$ –6 мкс, а для аналогічних плівок нанометрової (10–100 нм) товщини отримано значення $\tau=50$ –100 нс. Масивні термоелектричні модулі характеризуються часом τ в декілька секунд і особливих вимог до швидкодії не мають. Дослідження проводили як на розробленому на основі 32 розрядного STM мікроконтролера макеті установки, так і з використанням сучасного цифрового осцилографа Tectronix з смугою пропускання 100 МГц. Для забезпечення широкого діапазону товщин досліджуваних плівкових оптимально вибрати аналогово-цифровий перетворювач (АЦП) з частотою дискретизації 40–200 мільйонів вибірок в секунду. Але навіть використання STM32F303 з вбудованими в нього цифро-аналоговим і аналого-цифровим перетворювачем на 5 MSPS дало можливість побудувати вимірювальну систему швидкодії, якої достатньо для дослідження як масивних термоелектричних перетворювачів, так і тонких плівок з товщиною до 100 нм.

При вимірюваннях на змінному струмі період змінного струму також не повинен перевищувати параметр часу τ , а отже можна обмежитися частотою кому-

тації в 20 МГц. Потрібно забезпечити вибір силу струму в залежності від робочого струму термоелемента в досить широкому діапазоні від 10 мкА до 500 мА.

За абсолютними значеннями напруга на зразку суттєво залежить від термо-Е. Р. С. матеріалу, опору зразка, вибраного струму через зразок і для різних матеріалів, форми та товщини зразка може коливатися від 10 мкВ до 1 В [11, 13]. Тому для приведення напруги до діапазону роботи АЦП необхідний інструментальний операційний підсилювач з програмно керованим коефіцієнтом підсилення, а сам АЦП повинен мати розрядність не менше 12 біт для забезпечення достатньої роздільної здатності.

Система повинна мати достатньо пам'яті для збереження масиву оцифрованих експериментальних даних. Частоту вибірки АЦП потрібно вибирати в залежності від параметра часу τ процесу так щоб дані помістилися в пам'ять і кількість точок була достатня для подальшої програмної обробки.

Інші блоки такі як зовнішній нагрів, обмін даними з зовнішніми пристроями особливих вимог до швидкодії не мають і можуть керуватися мікроконтролером в основному циклі.

5. Особливості розробки апаратних засобів інформаційно-вимірювальної системи

Швидкість перебігу фізичних процесів у досліджуваних об'єктах визначає мінімальний проміжок часу T_0 . За цей час повинні завершитися всі процеси перетворення інформації в сенсорах за час T_S та опрацювання інформації згідно алгоритму роботи пристрою опрацювання інформації за час T_P . Тобто, $T_S + T_P \leq T_0$.

Якщо значення T_0 є достатньо великим, наприклад, декілька мілісекунд і більше, та кількість сенсорів невелика, то інформаційно-вимірювальну систему можна реалізувати на одному персональному комп'ютері чи смартфоні. Можливий теж варіант реалізації системи на базі мікроконтролера чи мікрокомп'ютера. В будь-якому випадку якихось принципових проблем в процесі проектування таких систем не має.

Якщо значення T_0 є достатньо малим, наприклад, декілька наносекунд і менше, або кількість сенсорів становить сотні і більше, то таку інформаційно-вимірювальну систему доволі важко побудувати як систему на одному кристалі чи на одному персональному комп'ютері. Тут досить часто пристроєм виведення слугувати персональний комп'ютер, пристроєм опрацювання інформації може слугувати кластерна система, спеціалізована багатопроесорна система з матричною топологією, апаратна реалізація на FPGA тощо.

Розроблена структурна схема спеціалізованої програмно-апаратної системи для дослідження термоелектричних властивостей та експрес діагностики термоелектричних модулів перетворення енергії наведена на рис. 2. На рис. 3 представлена розроблена структурна схема блоку вимірювання.

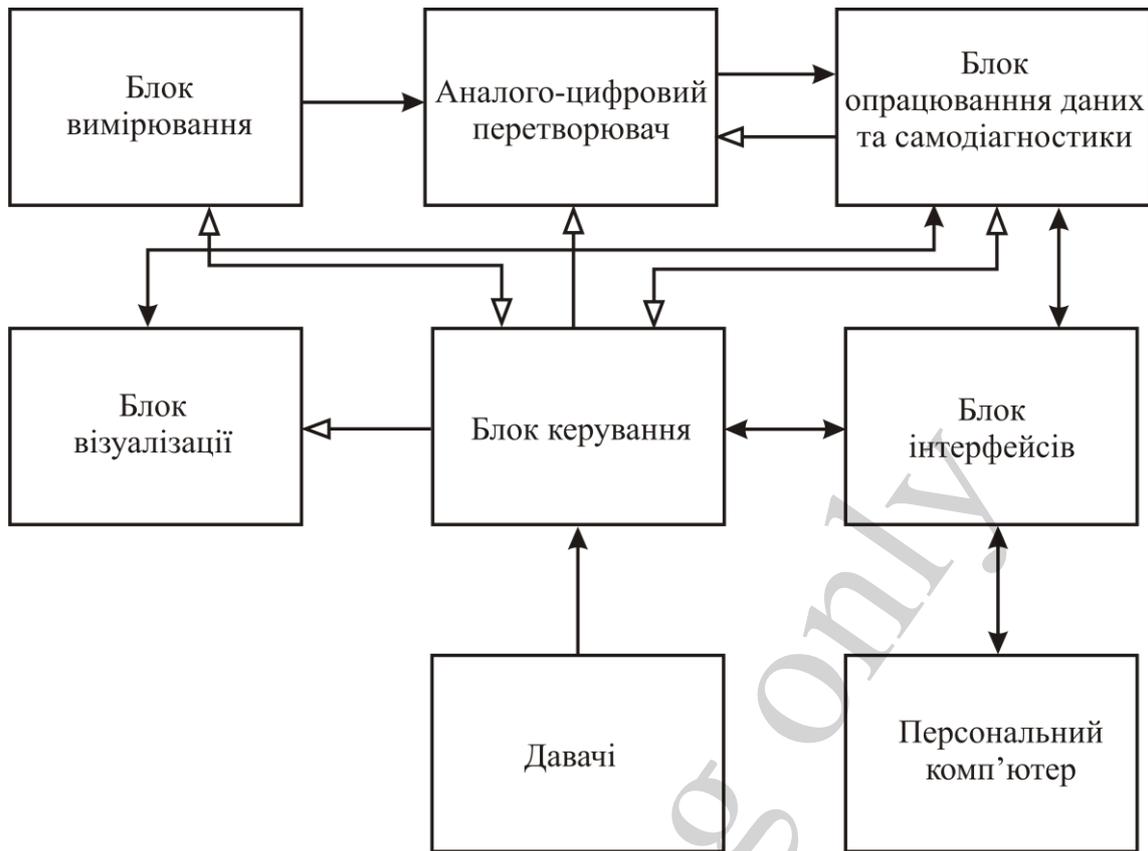


Рис. 2. Структурна схема спеціалізованої програмно-апаратної системи для дослідження термоелектричних властивостей та експрес діагностики термоелектричних модулів перетворення енергії. Стрілки, зафарбовані чорним, – інформаційні, а прозорі – керуючі

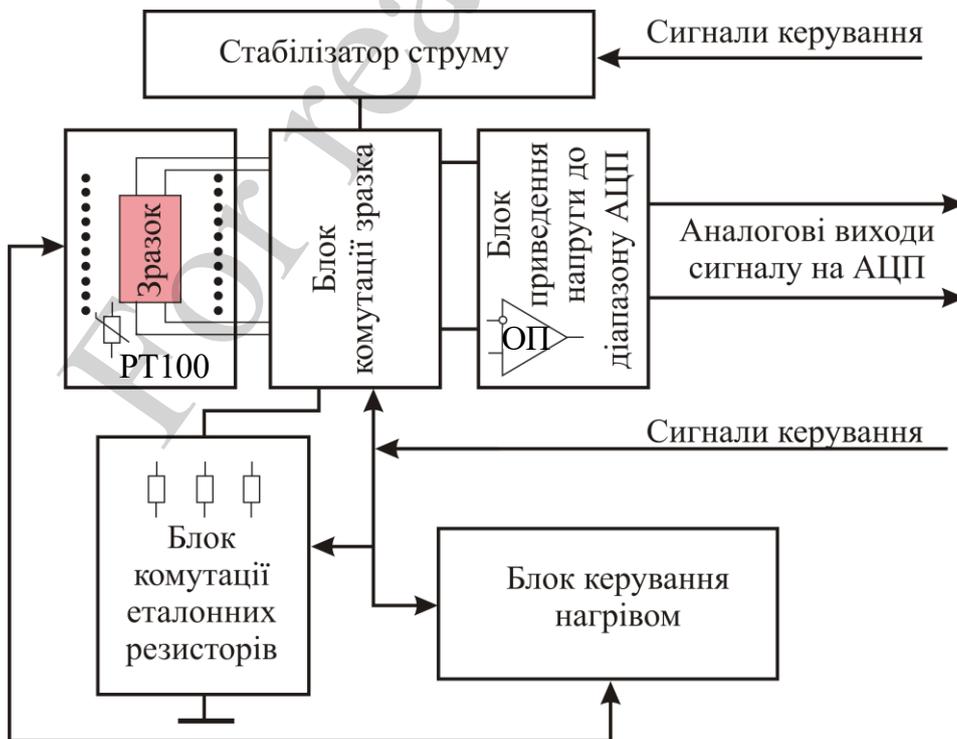


Рис. 3. Структурна схема блоку вимірювання

В залежності від досліджуваних об'єктів можливі різні варіанти реалізації блоку керування та опрацювання даних такої спеціалізованої комп'ютерної системи. Зокрема для дослідження та відбракування готових термоелектричних модулів та товстих плівок було розроблено діючий макет установки на основі мікроконтролера STM32F303 (STMicroelectronics, Нідерланди) та вбудованих в нього цифро-аналогового перетворювача (ЦАП) і АЦП на 5 MSPS, швидкодії якого достатньо для дослідження плівок товщиною від 100 нм, на якому і проводилися дослідження, описані в роботі. Для дослідження термоелектричних плівок менших товщин необхідно уже розробляти спеціалізовану комп'ютерну систему на основі швидкодіючої FPGA. Для макетування використовувалася налагоджувальна плата Nexys A7 з Artix-7 і 128 MiB DDR (США) пам'яті. Основна задача швидкого оцифрування аналогового сигналу вирішується за допомогою швидкодіючого аналого-цифрового перетворювача AD9643 (Analog Devices, США), якій забезпечує 14 бітну точність і гарантовану відсутність втрати даних у всьому робочому температурному діапазоні при швидкості перетворення до 250 MSPS. Вихідні дані АЦП виводяться безпосередньо на зовнішній 14-розрядний вихідний порт LVDS. Зчитування, накопичення, фільтрування і математична обробка даних реалізовані на FPGA, а зв'язок з комп'ютером, генерування сигналів, керування комутацією та швидкодіючим джерелом струму реалізовано на 32 розрядному мікроконтролері STM32F303.

Структурна схема прийому і обробки даних від мікросхем АЦП за стандартом LVDS, розроблена на основі рекомендацій виробника [16, 17] з модифікаціями під вибрану елементну базу, представлена на рис. 4. Вона включає вхідний приймач (INBuf), пакувальник даних (Repack), синхронізатор потоку даних (FIFO), блок керування мікросхемою АЦП (SPI). Крім цих вузлів, на верхньому рівні використовується модуль синтезу частоти (MMCM). Тактувати багатоканальні системи АЦП варто від опорного генератора з низьким джиттером частоти, мікросхеми типу Si571, пропустивши його вихідний тактовий сигнал через розмножувач, відповідний числу каналів АЦП. В такому випадку в разі точного вирівнювання ліній даних і тактових сигналів каналів АЦП на друкованій платі отримаємо когерентну систему на приймальній стороні FPFA і повну синфазність між каналами. При використанні одного каналу АЦП можна спростити схему застосувавши стандартний модуль синтезу частоти FPFA на основі Mixed-Mode Clock Manager (MMCM).

Вхідний приймач містить первинні елементи підключення між зовнішніми сигналами друкованої плати і логікою FPFA. Залежно від інтерфейсу передачі даних буфер може бути диференційний і однополярний. Слідом за буфером встановлюється вузол регулювання затримки проходження сигналу IODelay для вирівнювання фронтів паралельної шини даних і первинного узгодження багатоканальних вузлів підключення АЦП до FPFA. Далше можлива установка FD тригера, якщо режим передачі даних "SDR". У режимі "DDR" тригер замінюється на варіант IDDR, який має один вхід даних і два виходи з яких сигнали видаються по одному і тому ж фронту тактового сигналу, а сам модуль тактується тактовою частотою АЦП. З виходу FD/IDDR дані поступають на пакувальник даних, основне призначення якого – упакувати дані в зручний формат

внутрішньої шини, який використовується всередині FPPA. Після чого дані поступають в синхронізатор потоку даних, побудований по схемі FIFO і виконує перетворення потоку даних з частоти дискретизації АЦП на частоту роботи внутрішньої шини пристрої FPPA. В подальшому дані передаються для обробки, це може бути як вузол цифрової обробки сигналів всередині FPPA, так і зовнішній інтерфейс. Управління аналоговим модулем здійснюється через SPI інтерфейси, реалізація яких на FPPA є стандартною.

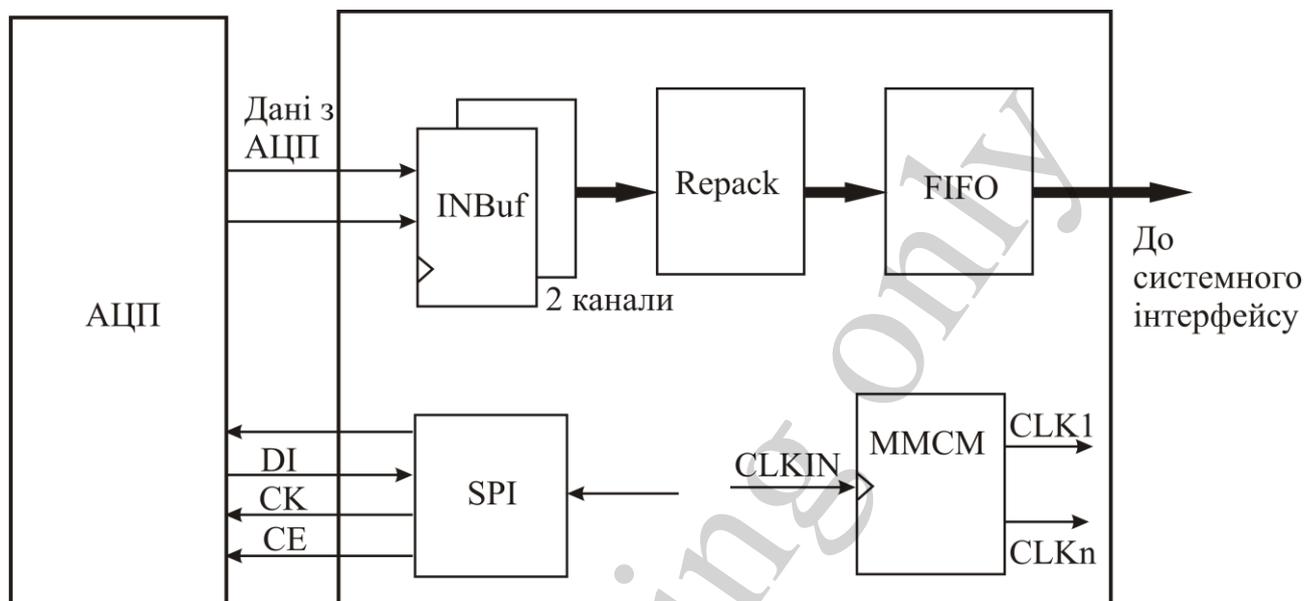


Рис. 4. Структурна схема обробки даних від мікросхем АЦП

Розроблено принципову електричну схему стабілізатор постійного струму керований напругою, якій реалізовано на швидкодіючому операційному підсилювачі (рис. 5), датчиком струму є шунт, якій в залежності від величини струму вибирається блоком комутації еталонних резисторів. Зміна полярності напруги реалізована синхронною комутацією за допомогою Н-моста на оптоізованих MOSFET транзисторах. Вимірювання напруги на зразку здійснюється швидкодіючим АЦП, блок приведення напруги до діапазону роботи АЦП реалізовано на швидкодіючому, прецизійному, інструментальному операційному підсилювачі з програмно керованим коефіцієнтом підсилення 1, 10, 100, 1000.

При необхідності збільшення частоти комутації інтегральні оптодрайвери можна замінити на високочастотні польові транзистори з відповідною корекцією схеми керування. Запропонована схема при правильній синхронізації показала високу стабільність і малошумність.

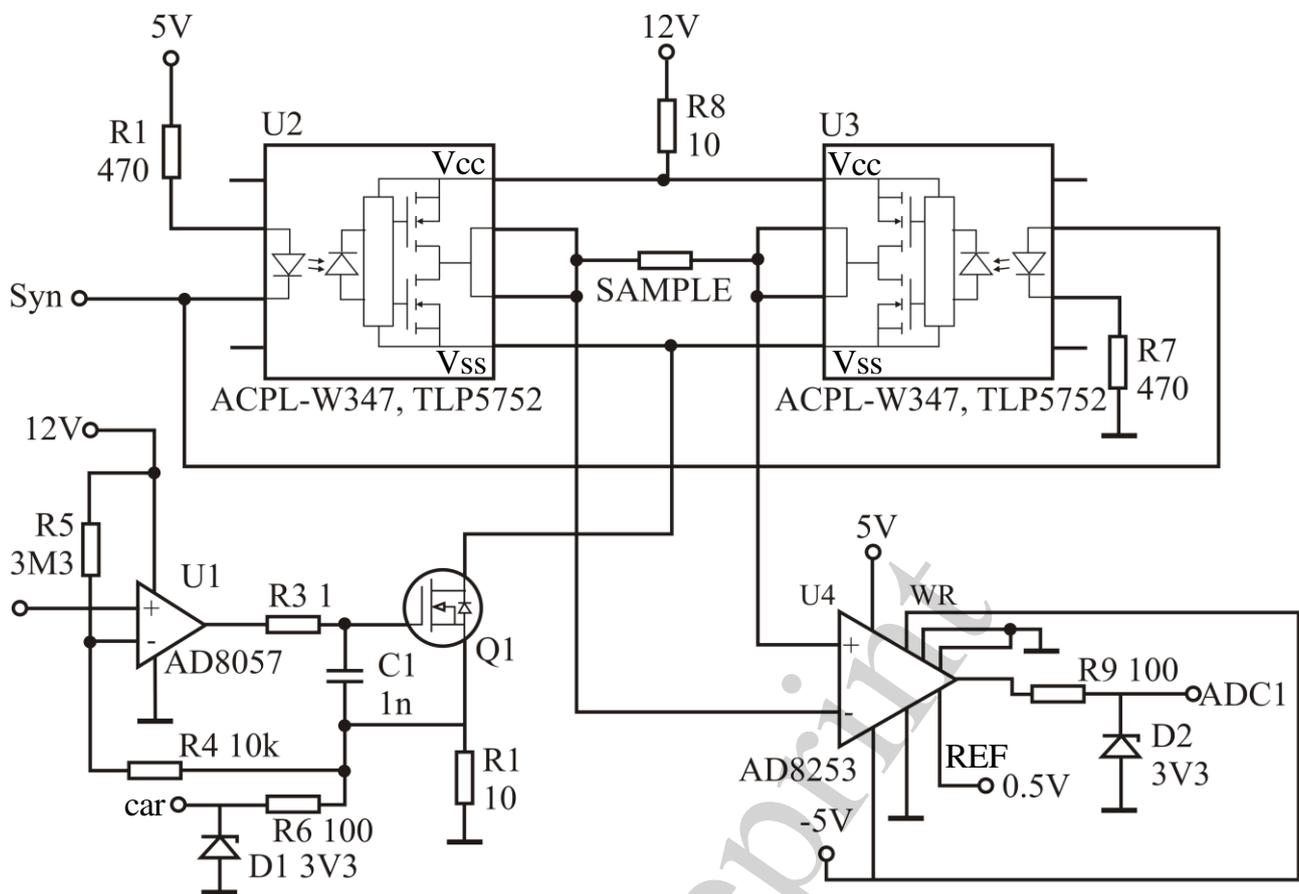


Рис. 5. Електрична схема стабілізатора знакозмінного струму

6. Алгоритм діагностики та програмні засоби його реалізації

Програма для мікроконтролера STM32F303 написана на С і забезпечує роботу апаратних засобів, самодіагностику роботи основних блоків, генерацію керуючих сигналів, прийом та попередню обробку даних.

Розроблений алгоритм реалізації швидкої діагностики термоелектричних модулів на основі часових вимірювань схематично наведено на рис. 6.

Даний алгоритм забезпечує як діагностику надійності контактів, так і повну діагностику термоелектричного елемента. Питома електропровідність і внутрішній опір розраховуються з виразу (1), а термоелектрична добротність за формулою (4). Стала τ визначається з апроксимації часової залежності напруги $U_a(t)$, яка в програмі здійснюється за методом найменших квадратів з застосуванням алгоритму мінімізації функцій багатьох змінних методом деформованого багатогранника (за Нелдером і Мидом). Дана методика хоч і є достатньо простою, але її реалізація показала хорошу ефективність – знаходження мінімуму відбувається за 80–100 ітерацій, і не сповільнює виконання програми.

Встановлення параметрів експерименту, а також подальша обробка, візуалізація і зберігання даних здійснюється за допомогою написаної керуючої програми, головне вікно якої представлено на рис. 7.

Між контролером і комп'ютером реалізовано двосторонній обмін інформацією через USB інтерфейс, керування установкою та запит даних здійснюється шляхом відправлення команд та отримання відповіді після їх виконання.

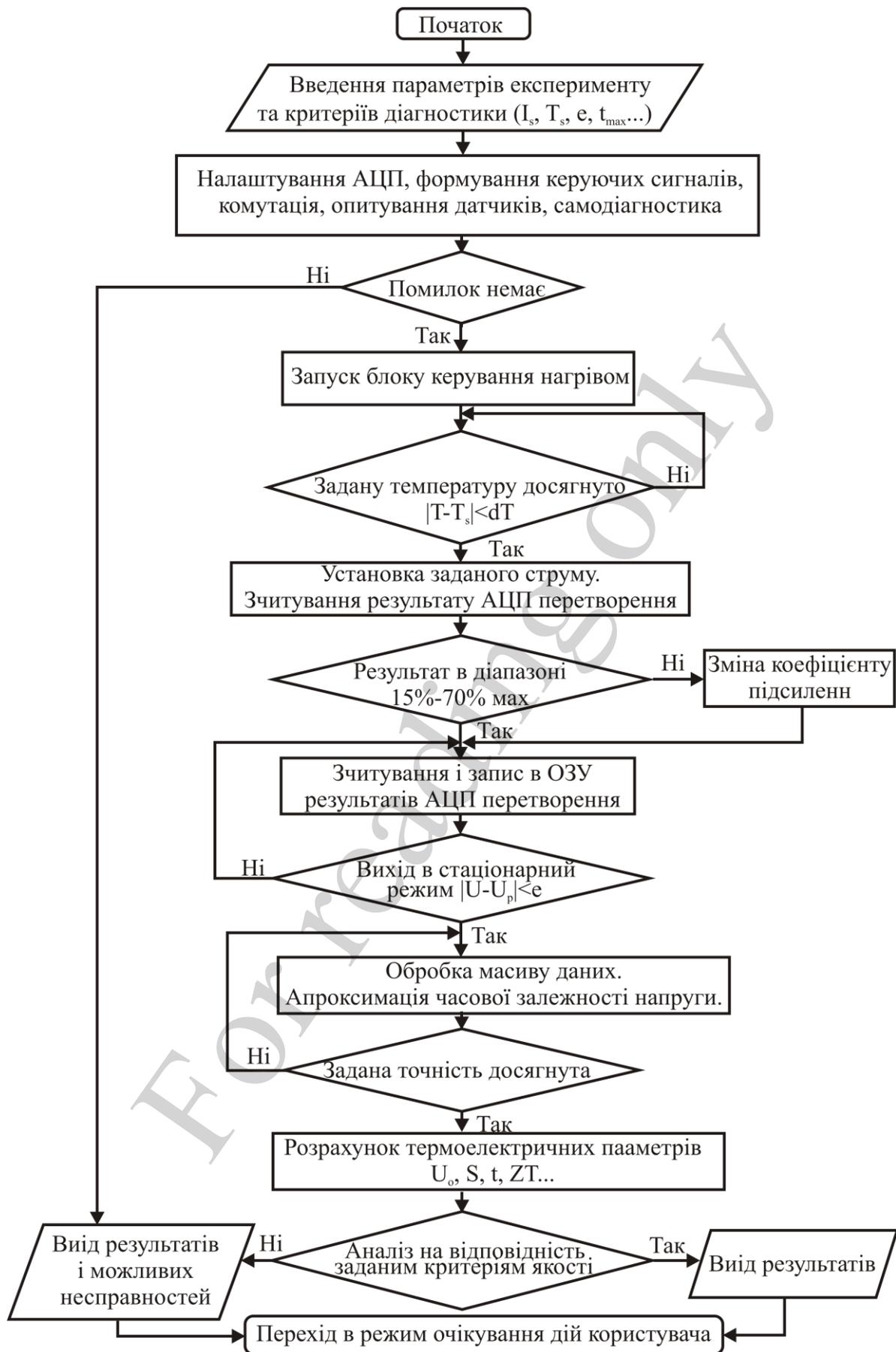


Рис. 6. Можливий варіант реалізації алгоритму швидкої діагностики термоелектричних модулів на основі часових вимірювань

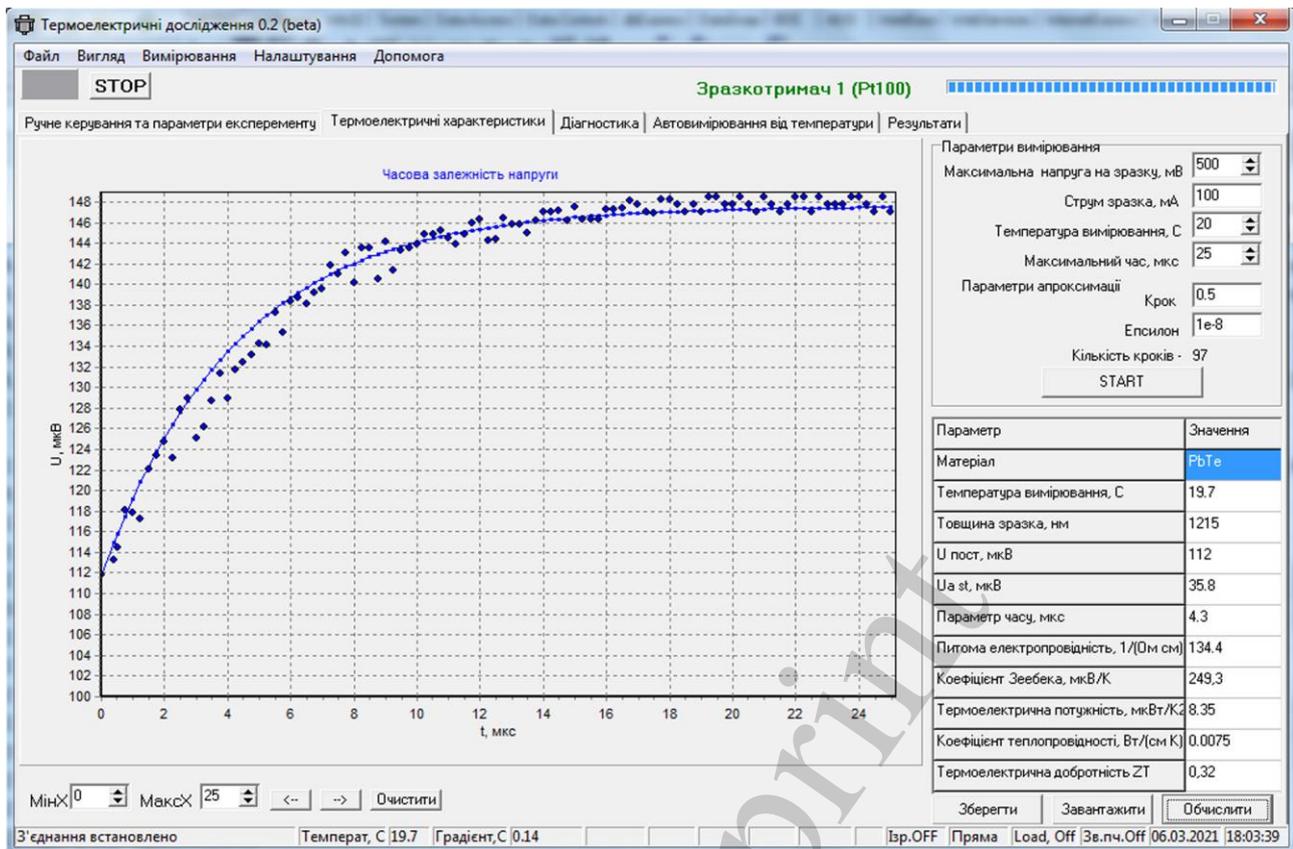


Рис. 7. Загальний вигляд вікна керуючої програми

Програма має графічний інтерфейс з вкладками, на яких згруповані основні етапи експерименту. На вкладці “Ручне керування та параметри експерименту” зібрані основні органи керування та попередні налаштування. У ручному режимі програма дозволяє управляти окремими функціональними блоками незалежно, що дає можливість проводити налагодження та виконувати нестандартний експеримент.

Наступна вкладка дозволяє вимірювати термоелектричні властивості при різних температурах (рис. 7). Також реалізована окрема вкладка для автоматизованого вимірювання температурних залежностей та вкладка для експрес діагностики готових термоелементів.

Результати вимірювання кожного зразка зберігається в окремому файлі з можливістю подальшого продовження експерименту. Реалізована можливість вибору конкретних даних для експорту в MS Excel з метою їх подальшої обробки.

В цілому, програмно-апаратний комплекс забезпечує автоматизовані режими роботи, необхідні для вимірювання усіх основних температурних параметрів. Зокрема, температурних залежностей питомого опору на змінному струмі, коефіцієнта Зеебека на постійному струмі, градієнта температури у стаціонарному режимі, термоелектричної добротності. Також комплекс забезпечує зняття часової залежності напруги при виході у стаціонарний режим і програмну обробку отриманих даних.

7. Результати експериментальних досліджень термоелектричних властивостей отримані за допомогою розроблених засобів

На рис. 8, *а* приведено отриману часову діаграму напруги при виході на стаціонарний режим для промислового термоелектричного модуля SP1848-27145 (Китай) на основі Bi_2Te_3 . А на рис 8, *б* приведена аналогічна залежність для отриманої методом відкритого випаровування у вакуумі тонкої плівки PbTe на підкладці слюди. Товщина плівки складала 1215 нм.

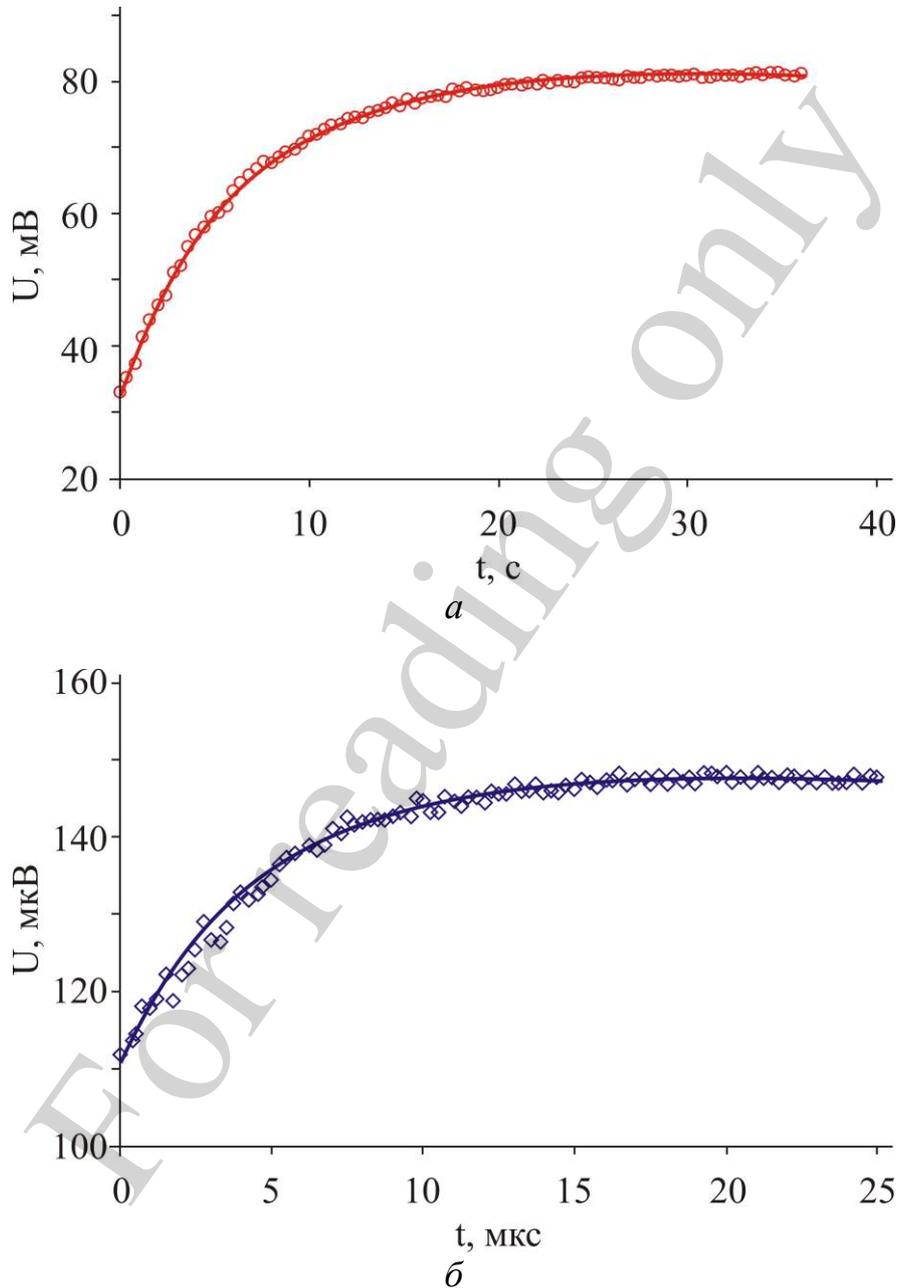


Рис. 8. Часові залежності напруги на постійному струмі: *а* – для термоелектричного модуля SP1848-27145; *б* – для тонкої плівки PbTe на підкладці слюди

Обробку масиву отриманих даних реалізовує програма в мікроконтролері. При програмному аналізі даних залежностей спочатку за першим виміром поки на зразку не виникла різниця температур визначали напругу $U_{-}=33$ мВ, яку від-

німали з отриманих даних, для їх апроксимації виразом (5). Апроксимацію виконували за методом найменших квадратів. Результати апроксимації представлені на рис. 8 суцільною лінією.

Для термоелектричного модуля SP1848-27145 отримано значення $U_{\alpha, st}=48,2$ мВ, $\tau=6,3$ с, звідки можна знайти внутрішній опір модуля $R=0,33$ Ом та його термоелектричну добротність яка при 300 К складає $ZT=4,6$. Отримані результати досить точно відповідають даним вказаним в документації на модуль. Для плівкового зразка розміром $0,5 \times 0,5$ мм отримано $U_{-}=112$ мкВ, $U_{\alpha, st}=35,8$ мкВ, $\tau=4,3$ мкс, звідки можна знайти параметри зразка які наведено в табл. 2.

Таблиця 2

Термоелектричні параметри досліджуваного зразка

Параметр	Значення
Матеріал	PbTe
Питома електропровідність, Ом ⁻¹ см ⁻¹	134,4
Коефіцієнт Зеебека, мкВ/К	249,3
Коефіцієнт теплопровідності, Вт/см К	$7,5 \cdot 10^{-3}$
Термоелектрична добротність ZT при 300 К	0,32

8. Обговорення результатів дослідження

Отримані результати (рис. 8) для заводських термоелектричних модулів добре співпадають з даними, наведеними в технічній документації на модулі, а для тонких плівок з попередніми дослідженнями методом прямих вимірювань на зразках, отриманих з того ж матеріалу при ідентичних умовах напилення [18]. Розбіжності не перевищували 3–5 %.

Вибрані методи та моделі (5), (6) дали можливість реалізувати весь комплекс досліджень на зразку однієї конфігурації (рис. 1), що значно зменшило трудомісткість та час на підготовку експерименту у порівнянні з класичними методами [1, 9, 10]. Також описані методи та засоби дослідження є неруйнівними і не вимагають наприклад свердління зразка для визначенні теплопровідності, як у методі радіального потоку. Завдяки тому, що дані методи не потребують вимірювання теплових потоків через зразок, усувається одне з найбільших джерел похибки класичних методів [5].

Розроблені схемотехнічні рішення (рис. 3, 5) дозволили створити систему, яка в одному технологічному циклі неруйнівними методами дає можливість отримати всі необхідні параметри досліджуваного зразка. А прикладна комп'ютерна програма забезпечує зручне керування процесом вимірювання, для серій однотипних зразків, проведення автоматизованого аналізу згідно діагностичної матриці дефектів (табл. 1) для швидкого виявлення бракованих екземплярів та ймовірного виду дефекту.

Метод Хармана та його модифікації, незважаючи на простоту реалізацію і ефективність, мають ряд суттєвих недоліків та обмежень у порівнянні з прямими методами вимірювання. Зокрема, для тонких плівок даним методом важко розділити вклад підкладки в теплопровідність матеріалу плівки, тут перевагу

при можливості варто віддавати більш точним, хоч і значно складнішим лазерним флеш-методам, які описані в роботі [19]. Перевагою даної методики є швидка можливість швидкої оцінки всіх основних параметрів і дефектування готових термоелектричних модулів, в тому числі і тонкоплівкових.

Перспективами подальшого розвитку дослідження є інтеграція з іншими установками для дослідження параметрів напівпровідників в єдину базу даних. Зокрема з розробленою установкою для дослідження термоелектричних параметрів методами імпедансної спектроскопії [17].

9. Висновки

1. Проведено аналіз, вибрано та оптимізовано методи дослідження термоелектричних властивостей напівпровідників, що дало можливість проводити дослідження на зразку однієї конфігурації. Визначено необхідні робочі діапазони та ресурси апаратних засобів для побудови сучасної інформаційно-вимірювальної системи. Показано, що для реалізації такої системи необхідно забезпечити робочі діапазони по напрузі від 10 мкВ до 1 В, по струму 10 мкА до 500 мА, і швидкодію АЦП на рівні 40–200 MSPS при роздільній здатності 12 біт.

2. Розроблена структурна та електрична схема програмно-апаратного комплексу для дослідження термоелектричних властивостей напівпровідникових матеріалів, які завдяки використанню сучасної програмованої елементної бази дають можливість гнучко конфігурувати систему в залежності від вибраних параметрів експерименту. Показано, що запропонована схема стабілізатора знакозмінного струму добре справляється з поставленою задачею, а застосування FPGA і програмне забезпечення мікроконтролера забезпечують достатню швидкодію і необхідні режими синхронізації для реалізації імпульсного методу Хармана.

3. Розроблено алгоритм роботи та створена спеціалізована комп'ютерна система, яка в одному технологічному циклі, на зразку однієї конфігурації, неруйнівними методами дає можливість отримати всі необхідні параметри досліджуваного зразка. А також забезпечує автоматизацію вимірювань, реєстрацію, обробку і візуалізацію даних, та швидку діагностику серії однотипних термоелектричних модулів з визначенням ймовірного типу дефекту.

4. Створено діючий макет установки та проведено експериментальні дослідження властивостей тонкоплівкових термоелектричних матеріалів та модулів перетворення енергії, які показали добре співпадіння з результатами, отриманими на аналогічних зразках прямими методами, а розбіжності не перевищували 3–5 %, при більш ніж вдвічі меншому часі на підготовку зразків та проведенні експерименту.

Література

1. Beltrán-Pitarch, B., Prado-Gonjal, J., Powell, A. V., García-Cañadas, J. (2019). Experimental conditions required for accurate measurements of electrical resistivity, thermal conductivity, and dimensionless figure of merit (ZT) using Harman and impedance spectroscopy methods. *Journal of Applied Physics*, 125 (2), 025111. doi: <https://doi.org/10.1063/1.5077071>

2. Vineis, C. J., Shakouri, A., Majumdar, A., Kanatzidis, M. G. (2010). Nanostructured Thermoelectrics: Big Efficiency Gains from Small Features. *Advanced Materials*, 22 (36), 3970–3980. doi: <https://doi.org/10.1002/adma.201000839>
3. Рувінський, М. А., Костюк, О. Б., Дзундза, Б. С. (2016). Вплив ефектів розмірності на термоелектричні властивості тонких плівок PbTe. *Журнал нано- та електронної фізики*, 8 (2), 02051-1–02051-6. doi: [http://doi.org/10.21272/jnep.8\(2\).02051](http://doi.org/10.21272/jnep.8(2).02051)
4. Фреїк, Д. М., Дзундза, Б. С., Лоп'янко, М. А., Яворський, Я. С., Ткачук, А. І., Лецин, Р. Б. (2012). Структура і електричні властивості тонких плівок чистого і легovanого вісмутом телуриду свинцю. *Журнал нано- та електронної фізики*, 4 (2), 02012-1–02012-5. URL: https://jnep.sumdu.edu.ua/uk/component/content/full_article/392
5. Dunets, R., Dzundza, B., Deichakivskiy, M., Mandzyuk, V., Terletsky, A., Poplavskiy, O. (2020). Methods of computer tools development for measuring and analysis of electrical properties of semiconductor films. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 1 (9 (103)), 32–38. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2020.195253>
6. Martin, J., Tritt, T., Uher, C. (2010). High temperature Seebeck coefficient metrology. *Journal of Applied Physics*, 108 (12), 121101. doi: <https://doi.org/10.1063/1.3503505>
7. De Boer, J., Müller, E. (2013). Data analysis for Seebeck coefficient measurements. *Review of Scientific Instruments*, 84 (6), 065102. doi: <https://doi.org/10.1063/1.4807697>
8. Druzhinin, A., Ostrovskii, I., Khoverko, Y., Rogacki, K., Kogut, I., Golota, V. (2018). Nanoscale polysilicon in sensors of physical values at cryogenic temperatures. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29 (10), 8364–8370. doi: <https://doi.org/10.1007/s10854-018-8847-0>
9. Burkov, A. T., Fedotov, A. I., Novikov, S. V. (2016). Methods and Apparatus for Measuring Thermopower and Electrical Conductivity of Thermoelectric Materials at High Temperatures. *Thermoelectrics for Power Generation - A Look at Trends in the Technology*. doi: <https://doi.org/10.5772/66290>
10. Kumar, A., Patel, A., Singh, S., Kandasami, A., Kanjilal, D. (2019). Apparatus for Seebeck coefficient measurement of wire, thin film, and bulk materials in the wide temperature range (80–650 K). *Review of Scientific Instruments*, 90 (10), 104901. doi: <https://doi.org/10.1063/1.5116186>
11. Tur, Y., Pavlovskiy, Y., Virt, I. (2019). Measurement of Thermoelectric Parameters of Thin-Film Semiconductor Materials Using the Harman Method. *Physics and Chemistry of Solid State*, 20 (3), 306–310. doi: <https://doi.org/10.15330/pcss.20.3.306-310>
12. Harman, T. C., Cahn, J. H., Logan, M. J. (1959). Measurement of Thermal Conductivity by Utilization of the Peltier Effect. *Journal of Applied Physics*, 30 (9), 1351–1359. doi: <https://doi.org/10.1063/1.1735334>
13. Favaloro, T., Ziabari, A., Bahk, J.-H., Burke, P., Lu, H., Bowers, J. et. al. (2014). High temperature thermorefectance imaging and transient Harman

characterization of thermoelectric energy conversion devices. *Journal of Applied Physics*, 116 (3), 034501. doi: <https://doi.org/10.1063/1.4885198>

14. Farzaneh, M., Maize, K., Lüerßen, D., Summers, J. A., Mayer, P. M., Raad, P. E. et. al. (2009). CCD-based thermorefectance microscopy: principles and applications. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42 (14), 143001. doi: <https://doi.org/10.1088/0022-3727/42/14/143001>

15. Громов, Г. Г., Ершова, Л. Б., Дробкин, И. А. (2007). Комплексный метод контроля качества конструкции и эксплуатационной надежности термоэлектрических модулей в составе оптоэлектронных приборов. *Прикладная физика*, 4, 99–106. URL: <http://applphys.orion-ir.ru/appl-07/07-4/PF-07-4-99.pdf>

16. Defossez, M. (2012). Serial LVDS High-Speed ADC Interface. XAPP524. v1.1. XILINX. URL: https://www.xilinx.com/support/documentation/application_notes/xapp524-serial-lvds-adc-interface.pdf

17. Interfacing Analog to Digital Converters to FPGAs. A Lattice Semiconductor White Paper (2007). URL: <http://application-notes.digchip.com/030/30-20827.pdf>

18. Dunets, R., Dzundza, B., Kostyuk, O. (2020). Specialized software and hardware for impedance spectroscopy of thermoelectric energy converters. *Measuring Equipment and Metrology*, 81 (4), 18–24. doi: <https://doi.org/10.23939/istcmtm2020.04.018>

19. Penco, G., Barni, D., Michelato, P., Pagani, C. (2001). Thermal properties measurements using laser flash technique at cryogenic temperature. PACS2001. Proceedings of the 2001 Particle Accelerator Conference (Cat. No.01CH37268). doi: <https://doi.org/10.1109/pac.2001.986637>