
Round robin « mesures matériaux massifs »

E. Alleno
Institut de Chimie et Matériaux Paris-Est
GDR Thermoélectricité



Objectifs

1. Fournir à chaque labo un « diagnostique »
2. Quelles incertitudes sur α , ρ , λ et ZT ?

$$ZT = \frac{\alpha^2 T}{\rho \lambda} \quad \left(\frac{\sigma_\alpha}{\alpha} \right) = \left(\frac{\sigma_\rho}{\rho} \right) = \left(\frac{\sigma_\lambda}{\lambda} \right) = 10\% \quad \frac{\sigma_{ZT}}{ZT} = 25\%$$

3. Publication

Calendrier

- Appel à participation: 12 juillet 2011
- Clôture des participations: 15 septembre 2011
- Achats et synthèse des matériaux: janvier – mars 2012
- Envois des échantillons aux participants: 11 avril 2012
- Date limite réception des mesures: 20 novembre 2012

Inscrits

13 laboratoires

Participants	Laboratoire	Ville
David Bérardan	ICMMO	Orsay
Rodolphe Decours / Michael Pollet	ICMCB	Bordeaux
Sylvie Hébert / Emanuel Guilemeau	CRISMAT	Caen
Jiri Hetjmanek	IP-ASCR	Prague
Alexandre Jacquot	IPM Fraunhofer	Fribourg
Bertrand Lenoir / Christophe Candolfi	IJL	Nancy
Laurence Lyard	Institut Néel	Grenoble
Stéphane Pailhès	LPMCN	Lyon
Claude Pasquier	LPS	Orsay
Sacha Populoh / Anke Weidenkaff	EMPA	Dübendorf
Olivier Rouleau / Eric Alleno	ICMPE	Thiais
Mathieu Soulier	CEA-LITEN	Grenoble
Romain Viennois	ICG	Montpellier

Résultats anonymes

Matériaux

3 matériaux: maille cubique, transport isotrope

- Nickel élémentaire: métal aux propriétés bien tabulées
 $\rho = 7 \times 10^{-8} \Omega.m$, $\alpha = -19,2 \mu V.K^{-1}$, $\lambda = 91 W.m^{-1}.K^{-1}$
commercial, \varnothing 10 mm, longueur = 6 mm
- wafer Si: semiconducteur fortement dopé (type p)
 $\rho \sim 1 - 5 \times 10^{-5} \Omega.m$, $\alpha \sim 150 - 300 \mu V.K^{-1}$, $\lambda \sim 100 W.m^{-1}.K^{-1}$
commercial, \varnothing 50 mm, épaisseur = 0.4 mm
- $Co_{0.97}Ni_{0.03}Sb_3$: matériau thermoélectrique (ZT \sim 0.6 à 800K)
 $\rho \sim 3 \times 10^{-5} \Omega.m$, $\alpha \sim -200 \mu V.K^{-1}$, $\lambda \sim 6 W.m^{-1}.K^{-1}$
synthèse ICMPE, SPS IJL, \varnothing 10 mm, longueur = 6 mm

Coût : 1000 euros (8000 euros = budget annuel du GDR)

Participation

Potentiel de mesures moyen = 65 % (<promises / 6>)

Mesures effectuées = 70% (<faites / promises>)

Matériaux	Rho BT	Rho HT
Ni	8	7
Si	7	7
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	8	10

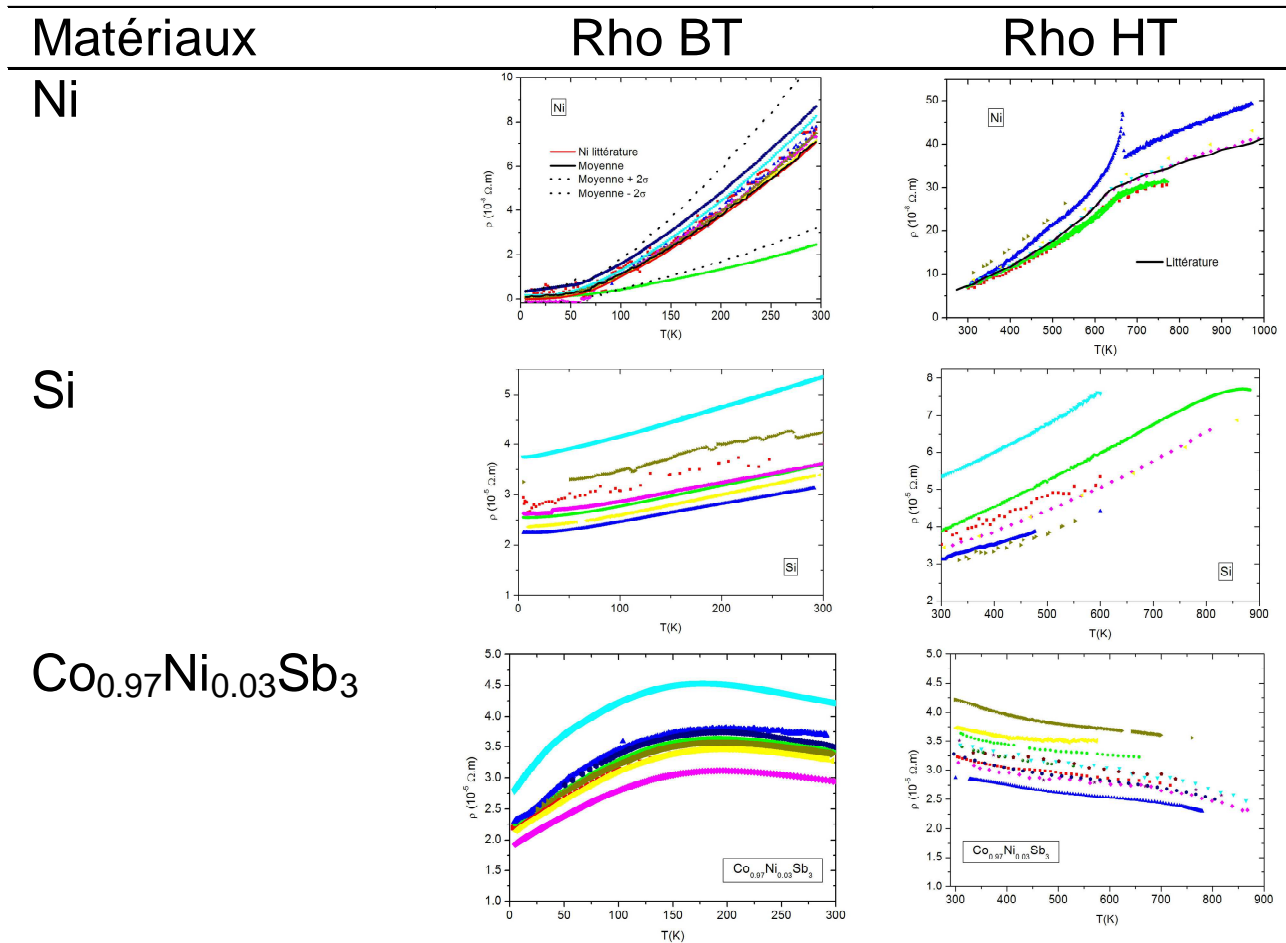
Matériaux	Seebeck BT	Seebeck HT
Ni	7	7
Si	5	5
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	7	9

BT: 5K – 300K

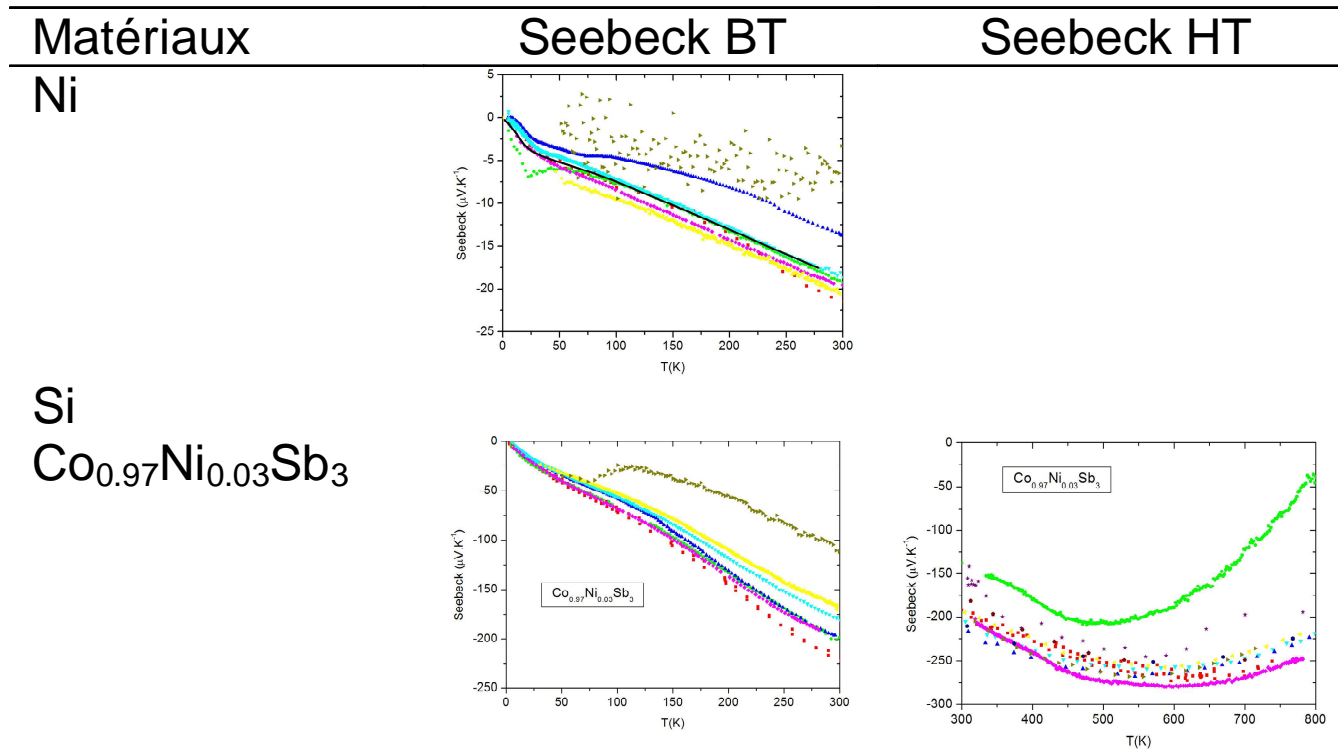
HT: 300K – 800K

Matériaux	Cond. therm BT	Diff. therm HT
Ni	3	4
Si	3	1
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	3	5

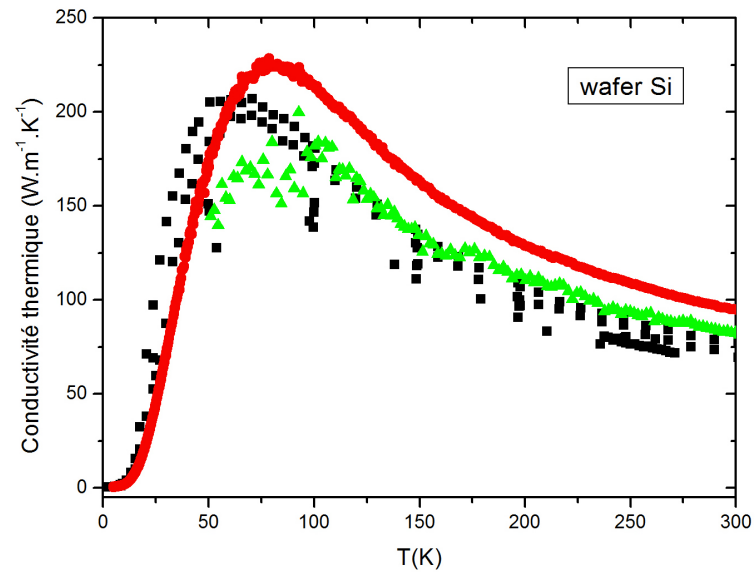
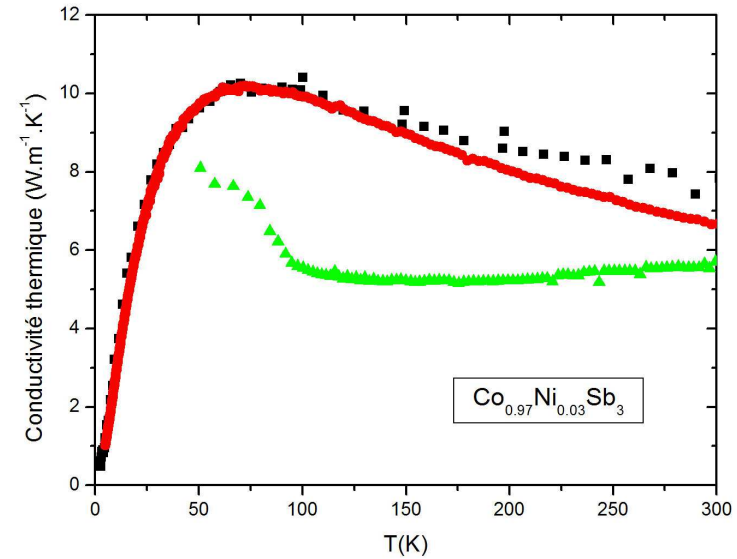
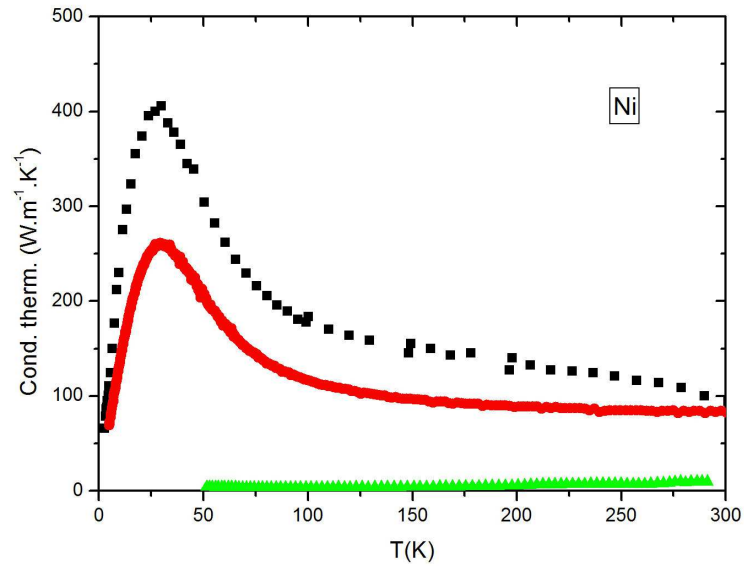
Résistivité: aperçu



Seebeck: aperçu

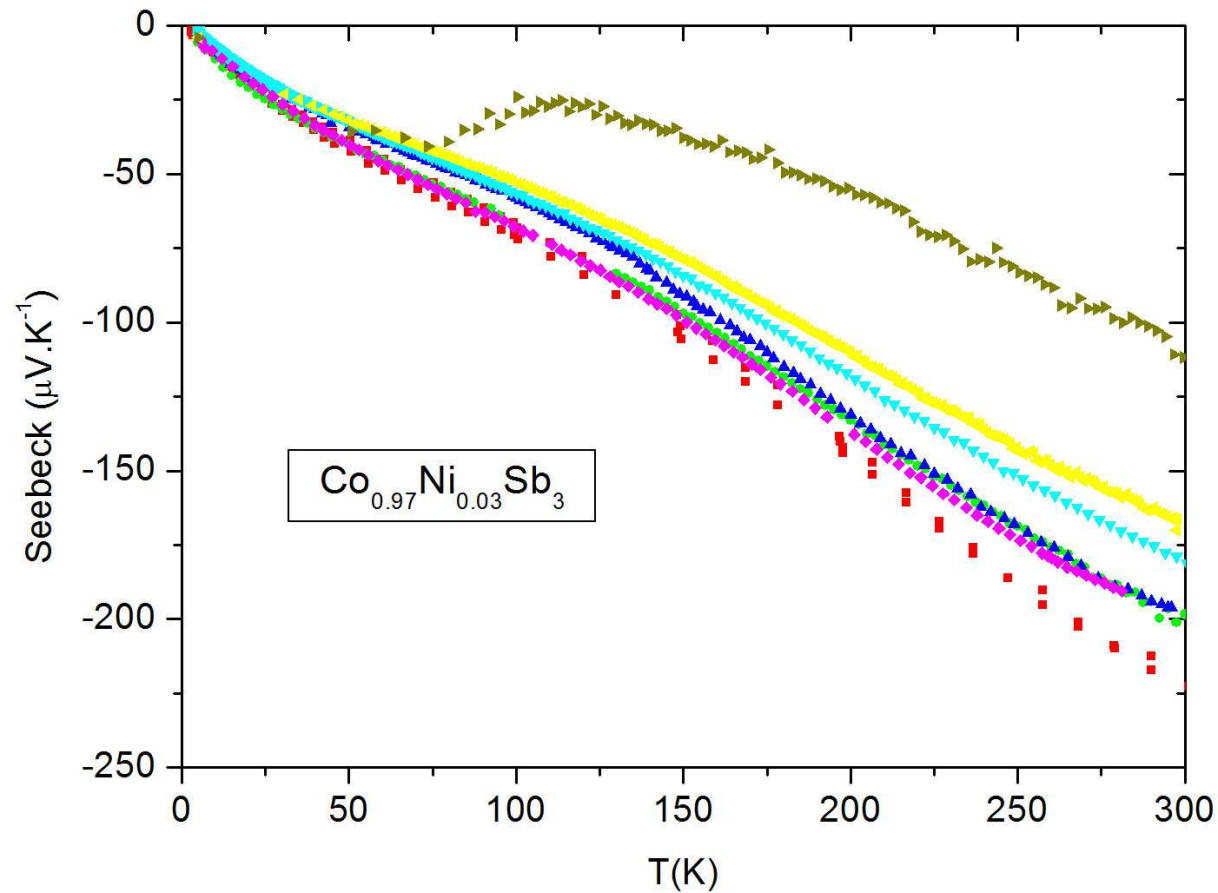


Conductivité thermique



Statistiques: méthode (1/3)

Exemple: coefficient Seebeck $\text{Co}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{Sb}_3$ entre 5 – 300K
Données brutes, 7 laboratoires



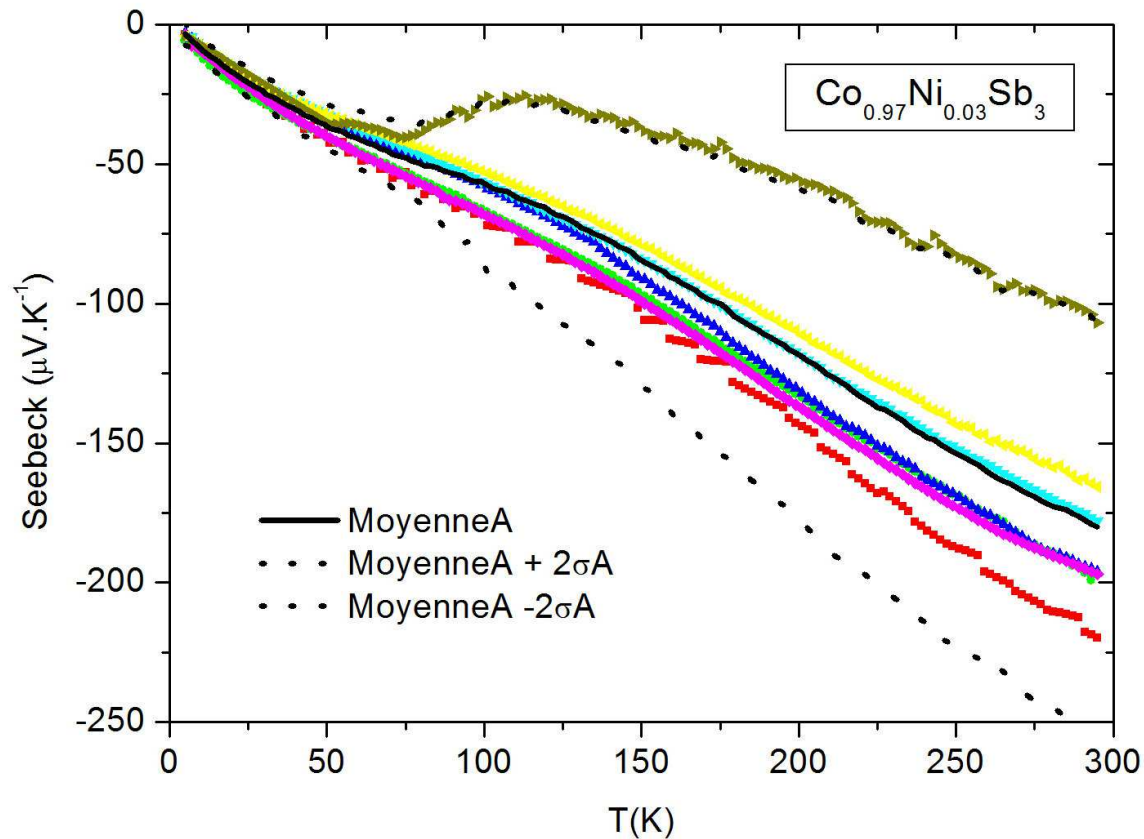
Statistiques: méthode (2/3)

Interpolation: pas = 2K

en T_i , moyenne et écart-type sur 7 labos:

$$\bar{\alpha}_i = \sum_{p=1}^7 \frac{\alpha_{ip}}{7}$$

$$\sigma_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (\alpha_{ip} - \bar{\alpha}_i)^2}{7-1}}$$

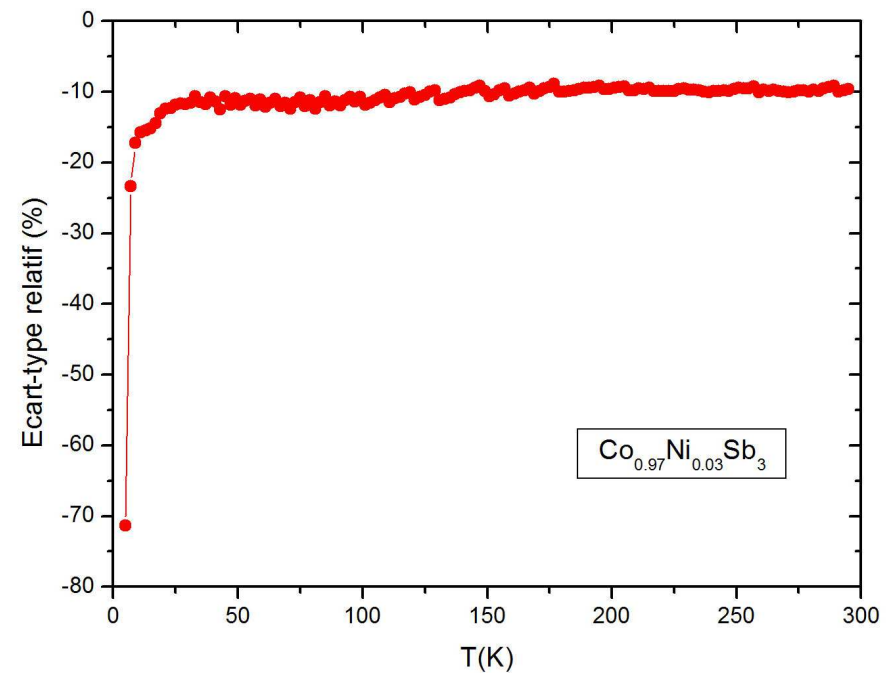
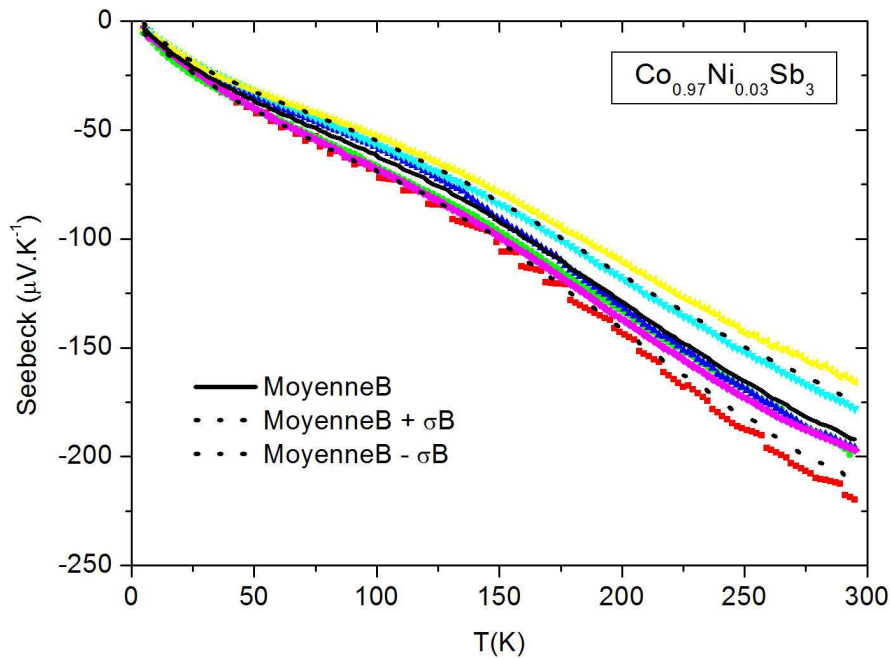


-> mesures aberrantes écartées

Statistiques: méthode (3/3)

en T_i , moyenne et écart-type sur 6 labos:

$$\bar{\alpha}_i = \sum_{p=1}^6 \frac{\alpha_{ip}}{6} \quad \sigma_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (\alpha_{ip} - \bar{\alpha}_i)^2}{6-1}}$$



$$\frac{\sigma_\alpha}{\alpha} = 11\%$$

Ecart-types

Matériaux	Rho BT	Rho HT
Ni	(4) > 50K 8 % (5K 80%)	(2) 6 %
Si	(1) 13 %	(1) 11 %
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	(1) 6 %	(2) 9 %

Matériaux	Seebeck BT	Seebeck HT
Ni	(3) > 20K 12 %, (5K 103%)	-
Si	-	-
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	(1) 11 %	(1) 6 %

Matériaux	Cond. therm BT	Diff. therm HT
Ni	-	?
Si	-	?
Co _{0.97} Ni _{0.03} Sb ₃	-	?

NIST + labos USA
(Lowhorn 2009)

Seebeck Bi₂Te₃: 4%
Seebeck constantan: 8%

Conclusions et perspectives

- $\text{Co}_{0.97}\text{Ni}_{0.03}\text{Sb}_3$, moyenne BT et HT: $\left(\frac{\sigma_\alpha}{\alpha}\right) = \left(\frac{\sigma_\rho}{\rho}\right) = 8\%$
- Retour participants: leurs données + moyennes + écart-types
- Conductivité thermique HT: février 2013
- Objectif: $\frac{\sigma_{ZT}}{ZT}$