

Электросопротивление металлов в диапазоне температур 1.3-300 К.

Версия 2014.12

Задача. Приготовить проволочные и тонкопленочные (опционально) образцы меди и исследовать температурную зависимость их электрической проводимости в диапазоне температур 1.3-300 К, в том числе после отжига образцов. Провести анализ экспериментальных кривых в рамках теории рассеяния носителей зарядов в металле.

Ключевые слова: правило Матиссена, электрон-фононное рассеяние, электрон-электронное рассеяние, рассеяние на примесях, эффект Кондо, слабая локализация.

Литература

- А.А. Абрикосов, Основы теории металлов, М. «Наука», 1987
- В.Ф. Гантмахер Электроны в неупорядоченных средах М.,ФМ, 2005, гл.2.

Предварительная подготовка: Проработать учебные задания и методички:

- Программирование на LabVIEW: управление и сбор данных в эксперименте.
- О записи результатов измерений в файл данных.
- Обсчет результатов с помощью пакета GnuPlot.
- Написание отчета на языке LaTeX.

Дополнительная подготовка.

- Инструктаж и обучение работе с жидким гелием.
 - Измерение температуры в диапазоне 1.2-300 К;
 - Инструктаж по работе с напылительной установкой ВУП-5.
 - Инструктаж по работе с лабораторной трубчатой печью.
-

1 Общий порядок работы

По мере выполнения работы необходимо ежедневно, по графику занятий, вести записи в лабораторном журнале. Каждая дневная запись должна начинаться с даты и краткого плана работы на день, а оканчиваться записью о результатах дня. Не забывайте записывать данные и зарисовывать схемы, которые будут полезны при обработке измерений и оформлении результатов.

1.1 Пройти инструктаж по технике безопасности при работе:

- со сжиженными газами;
- со стеклом; Работая с дьюарами, надевайте защитные очки!
- с электроприборами;
- по пайке;
- с хим. реактивами;

1.2 Подготовка эксперимента.

- Ознакомьтесь с оборудованием и приборами рабочего места Практикума. Нарисуйте в рабочем журнале схему газовых коммуникаций вашей установки. К каждой установке подведены три внешние линии газовых коммуникаций: *гелиевая сеть*, *форвакуумная откачка* и *откачка паров гелия*.

Гелиевая сеть служит для возврата испарившегося гелия в газгольдер гелиевой мастерской для повторного его ожижения. Чтобы предотвратить натекание воздуха в гелиевую сеть, давление в ней слегка (1%) превышает атмосферное.

Не допускайте случайного вытекания гелия из гелиевой сети!

Форвакуумная откачка используется для проверки герметичности установки и для удаления воздуха перед заполнением ее гелием (из *гелиевой сети*) в начале эксперимента. Линия *форвакуумной откачки* ведет к механическому насосу (2-5 л/сек), установленному в подвале под помещением Практикума. Выхлоп от насоса выводится в трубу, второй открытый конец которой находится снаружи здания.

После выключения форвакуумного насоса в него необходимо напустить воздух, иначе масло из насоса постепенно вылезет из него в трубу линии *форвакуумной откачки*!

Линия *откачки паров гелия* ведет к высокопроизводительному гелиевому насосу (20 л/сек), расположенному в подвале под помещением Практикума. Выхлоп насоса производится в линию *гелиевой сети*.

Внимание!

Необдуманное включение насоса откачки паров гелия может привести к закачке воздуха в газгольдер гелиевого ожижителя!

При выключении гелиевого насоса автоматически открывается установленный на нем клапан напуска гелия из линии *гелиевой сети*. При этом, в линию *откачки паров гелия* поступает поток газообразного гелия с плотным туманом из мелких капелек вакуумного масла из насоса. Поэтому, перед выключением насоса обязательно перекройте линию откачки паров гелия.

Внимание!

Холодный криостат, даже когда жидкий гелий уже испарился, может взорваться при отогреве, если давление в нем превысит атмосферное более чем на 50–100 Торр. Не оставляйте его без присмотра при закрытых вентилях к *гелиевой сети* и линии *откачки паров гелия*!

- Начертите в рабочем журнале схему измерений с учетом необходимых для эксперимента измерительных приборов. Каждая из установок практикума укомплектована как минимум мультиметром Keithley2000 (с мультиплексором на 10 каналов) и функциональным генератором Agilent 33220a. Последний мы

будем использовать в качестве источника регулируемого постоянного напряжения (режим (DC offset)).

Особенности генератора Agilent 33220a

1. Учтите, что выход генератора заземлен. 2. Амплитуда сигнала генератора завистит от величины нагрузки. Поэтому, чтобы знать точное значение выдаваемого им тока, нужно поставить в вашу схему дополнительный реперный резистор и измерять мультиметром напряжение на нем.

Для сборки измерительной схемы можно использовать готовую распаечную коробку, оснащенную всеми необходимыми разъемами для подключения стандартных кабелей (с разъемами RCA, BNC, D-SUB) к приборам и криостату.

- Смонтируйте тоководы от холодной зоны криостата к многоштырьковому разъему на его капке, обеспечивая герметичность электровводов в криостат.

Для тоководов можно использовать медные (ПЭШО) или манганиновые (ПЭШОММ) эмалированные провода в шелковой изоляции. Полезно скрутить провода попарно.

- Оцените по табличным данным ожидаемую величину сопротивления образцов и подводящих тоководов как при комнатной температуре, так и в жидком гелии. Это позволит выбрать оптимальную величину реперного резистора и обосновать выбор между двух- и четырех-проводной схемами измерений. Не забудьте отразить это в рабочем журнале.

Выбор четырехпроводной схемы

Для тоководов к образцу, расположенному в холодной зоне криостата, используют тонкие провода с малой теплопроводностью и, следовательно, с заметным сопротивлением. Если пренебречь этим сопротивлением нельзя, то нужно использовать четырехпроводную схему, в которой измерительный ток подводится к образцу по одной паре проводов, а падение напряжения на образце измеряют при помощи другой пары.

- Соберите и проверьте схему измерений используя цифровой мультиметр Appa-103N. Проведите работоспособность собранной схемы в ручном режиме. Подайте небольшое постоянное напряжение от генератора Agilent-33220A (далее Ag33220) и измерьте мультиметром Keithley-2000 (далее Ke2000) напряжение на образце. Сравните полученное значение с ожидаемой величиной.
- Оцените, используя табличные данные, минимальный ток через образец, при котором омический нагрев образца был бы несущественен, по сравнению с теплом, поступающим к образцу по подводящим проводам. Учтите, что при гелиевых температурах сопротивление металла может существенно упасть. Достаточно ли будет эта величина тока для уверенной регистрации напряжения на образце мультиметром? Проверьте это в ручном режиме при комнатной температуре на налаженной вами схеме. Не забудьте отразить результат в рабочем журнале.
- Подсоедините, проверьте на натекание (за время не менее суток) и подготовьте к работе *газовый термометр*. Описание конструкции и принцип работы газового термометра приведен в документе «Методические указания *Измерение температуры в диапазоне 1.2–300 К*».

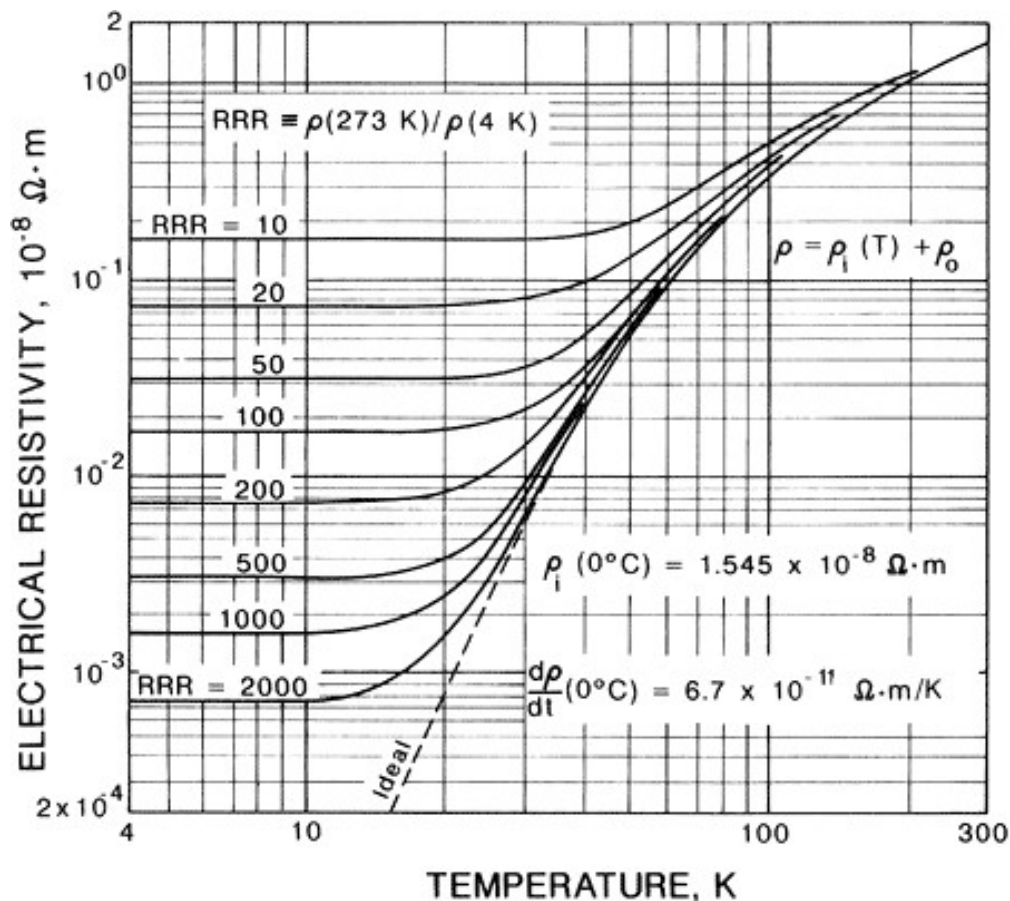
2 Приготовление образцов

2.1 Свойства меди

Свойства меди

Атомный номер	29	Плотность	(г/см ³)
Атомная масса	63,546	при 0К	9.021
Содержание изотопа 63	69,09%	при 0С	8.934
Содержание изотопа 65	30,91%	Темп. Дебая	
Диаметр атома	0.2551 нм	при 0К	342К
Электронная структура	3d ¹⁰ 4s	при 0С	311К
Валентности	2, 1	Электр.сопротивл.	(Ω·м)
Кристаллическая структура	ГЦК, Fm3m	при 0С	1.545 · 10 ⁻⁸
Постоянная решетки при 0К	0.36044 нм	Магнитная воспр.	(м ³ /кг)
Постоянная решетки при 0С	0.36149 нм	при 4К	-1.06 · 10 ⁻⁹
Энергия Ферми	7.0 эВ	при 0С	-1.04 · 10 ⁻⁹
Ферми поверхность сферическая, с пере- шейками на (111), открытые электронные орбиты по (111) направлению.		Упругая пост., 0С	(Па)
Темп. плавления	1084.5 С	C ¹¹	1.698 · 10 ¹¹
		C ¹²	1.224 · 10 ¹¹
		C ⁴⁴	0.759 · 10 ¹¹

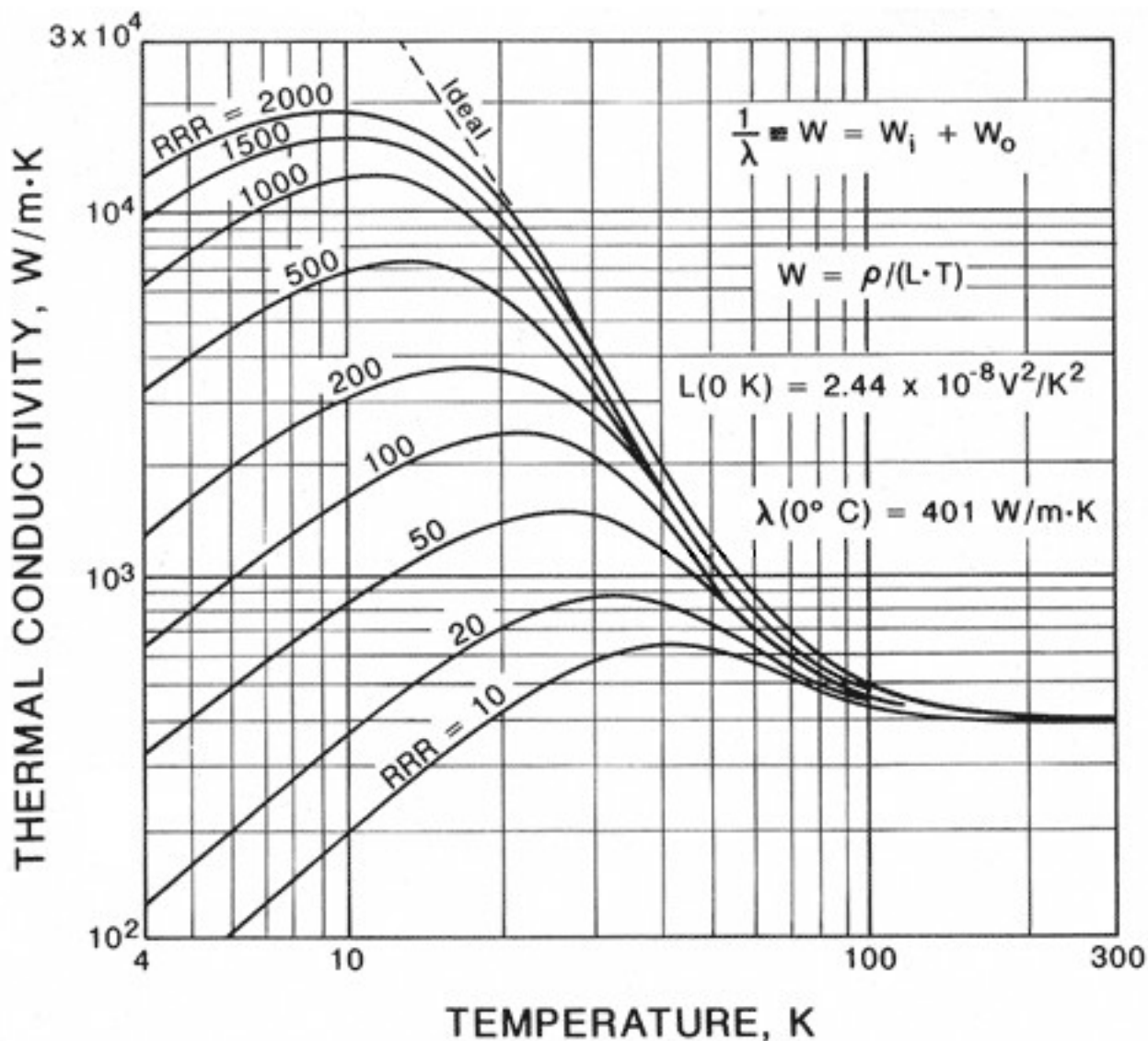
Температурная зависимость электрического сопротивления меди



Остаточное сопротивление примесей в меди. $10^{-8}\Omega\cdot\text{м}/(\text{ат.}\% \text{ примеси})$

Элемент	Ag	Al	As	Au	Be	Bi	Ca	Cd	Co	Cr	Fe	Ge	Hg	In
$\frac{\Delta\rho}{\Delta c}$	0.1	0.95	6.7	0.55	0.65	5.7	1	0.3	6.9	4.0	9.3	3.7	1.0	1.1
Элемент	Mg	Mn	Ni	Pb	Pt	Sb	Se	Si	Sn	Te	Ti	V	Zn	Zr
$\frac{\Delta\rho}{\Delta c}$	0.8	2.9	1.1	3.3	2.0	5.5	10	3.1	3.1	8	16	9.7	0.3	1.3

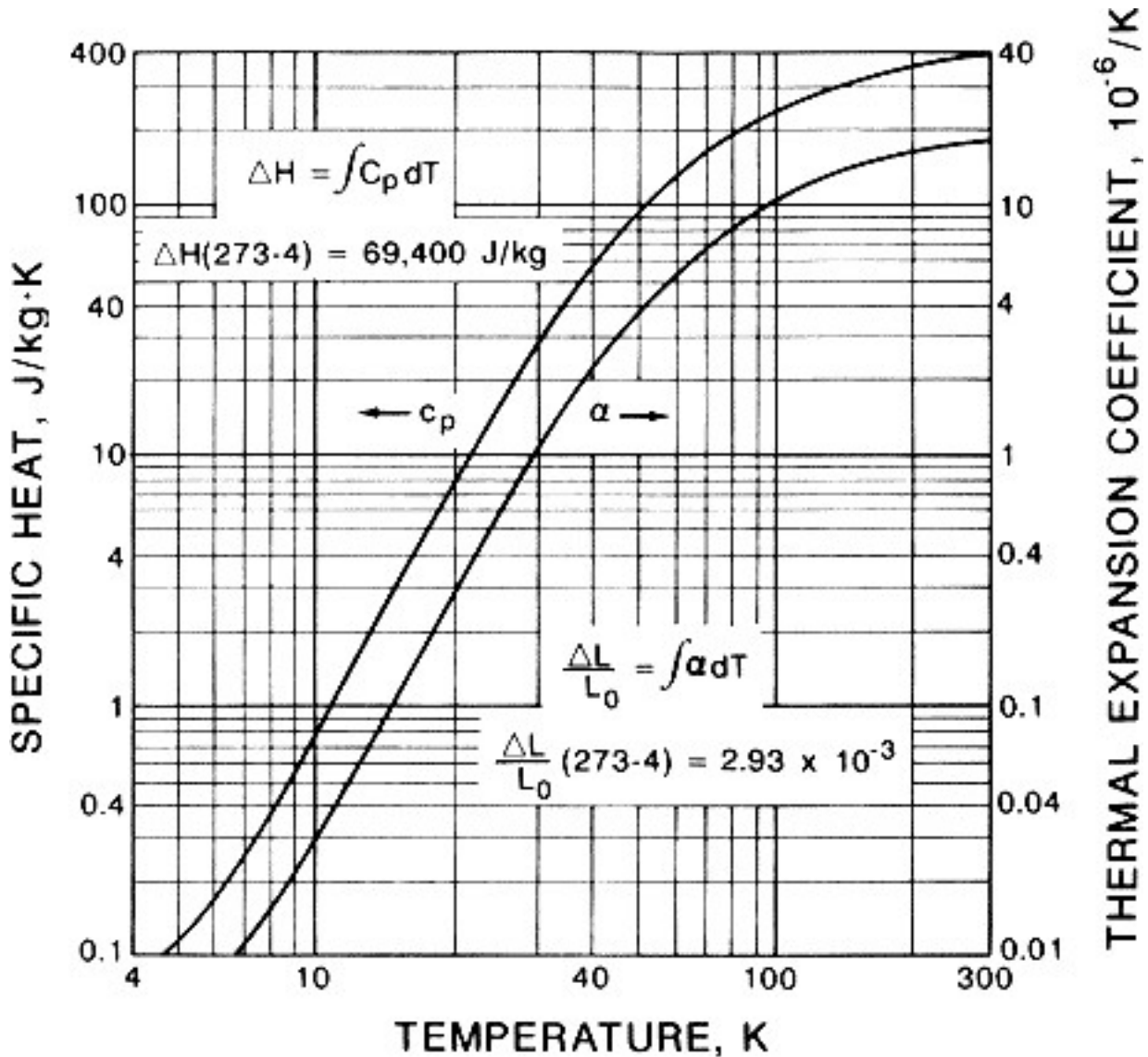
Температурная зависимость теплопроводности меди



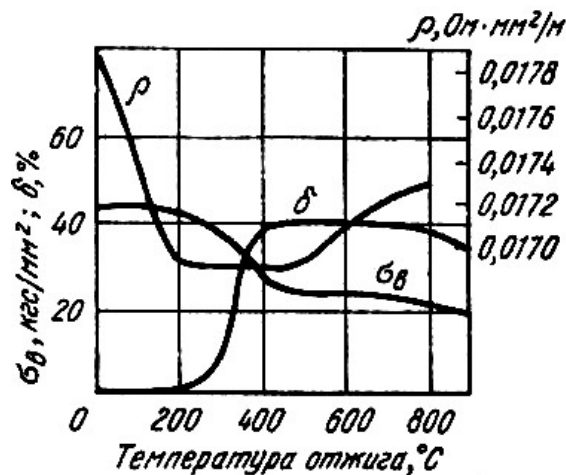
Интегральные величины энтальпии и теплового расширения меди.

T, K	4.2	20.27	77.35	195	273.15	293.15
$\Delta H, \text{Дж/кг}$	0	36	5470	40800	69400	78500
$\Delta L / L_0, \%$	-2.93	-2.93	-2.71	-1.24	0	0.33

Удельная теплоемкость и коэфф. теплового расширения меди



Изменение свойств нагартованной меди после часового отжига.



При низких температурах рассеяние носителей заряда на примесях становится доминирующим, маскируя вклад в проводимость от других механизмов рассеяния. Еще большее влияние на проводимость меди может вызвать пластическая деформация металла в результате его механической обработки (прокатка, волочение), приводящая к образованию большого количества дефектов. Отжиг помогает сильно уменьшить количество дефектов. Однако следует учитывать, что излишне высокие температуры отжига могут привести к рекристаллизации металла и к ухудшению его механических и электрических свойств.

Качество металла относительно количества примесей и дислокаций в нем обычно характеризуют величиной RRR (Residual-resistance ratio), – отношением сопротивлений образца при двух температурах, $R_{(T=273,15\text{ К})}/R_{(T=0\text{ К})}$. На практике холодное сопротивление образца измеряют, погрузив его в транспортный дьюар с жидким гелием.

Не забывайте вести подробные записи в своем лабораторном журнале!

2.2 Проволочные образцы

2.2.1 Выбор материала

- Из имеющихся в Практикуме катушек медного провода различных производителей и марок выберите несколько, на ваш взгляд, подходящих и измерьте их RRR. Для этого, намотайте на короткий кусок керамической трубки (от отшкуренного радиотехнического резистора) заранее отмеренный кусок провода и измерьте его сопротивление как при комнатной температуре, так и при температуре жидкого гелия. В последнем случае используйте вставку из тонкостенной трубки из нержавеющей стали, чтобы погрузить надежно закрепленный на ее конце образец в транспортный дьюар с гелием.

2.2.2 Образцы для эксперимента

- Теперь, когда выбран провод наилучшего качества, пора заняться приготовлением образцов для основного низкотемпературного эксперимента. Намотайте заранее отмеренный кусок провода на пластинку слюды размером 15 x 40 мм². Зачищенные концы провода зажмите в заранее закрепленном на слюдяной пластине контактам из никелевой фольги.
- Повторите процедуру отжига образцов.
- Закрепите образцы на медной стенке низкотемпературной ячейки. Чтобы не было закоротки, положите под образец изолирующую прокладку из тонкого 10 мкм тефлона. Подсоедините тоководы.

2.3 Тонкопленочные образцы (опционально)

- Работы с установкой ВУП-5 выполняйте только под контролем преподавателя.

- Пройдите инструктаж по работе с установкой ВУП-5.
- Оцените вес навески из меди, которая понадобится для получения пленки толщиной 100 нм. Приготовьте такую навеску.
- Установите тщательно обезжиренную и очищенную стеклянную подложку в подогреваемый держатель в камере ВУП-5 над танталовой лодочкой с навеской меди.
- Проведите процесс вакуумного напыления пленки меди.
- Приклейте при помощи смазанного с обеих сторон клеем БФ кусочка бумаги ($\sim 10 \times 10 \text{ мм}^2$) стеклянную подложку к монтажной плате, предназначенной для крепления в низкотемпературной ячейке криостата.
- Методом микропайки и приклеивания проводящим клеем, подсоедините контакты монтажной платы к слою напыленной меди в четырех точках, используя для этого тонкую медную микропроволоку.
- Медь при хранении на воздухе окисляется. Поэтому имеет смысл сразу же защитить ее поверхность и контакты тонким слоем лака, не откладывая операции по изготовлению микроконтактов к пластине на другой день.

3 Автоматизация процесса измерений

- Ознакомьтесь с *Методическими указаниями* «О записи результатов измерений в файл данных».
- Обдумайте структуру программы измерений и нарисуйте в лабораторном журнале ее блок схему.
- Напишите на языке LabVIEW программу для проведения измерений.
- Протестируйте работу программы, подключив к измерительной схеме резистор, соответствующий по порядку величины ожидаемому сопротивлению образцов. Проверьте, что содержимое создаваемых в результате работы программы файлов данных удовлетворяет требованиям *Методических указаний*.

Примерная структура программы измерений

Начальные установки

При запуске программы инициализируем приборы (с привязкой по их GPIB или USB адресам) и устанавливаем их рабочий режим. Присваиваем начальные значения параметрам (абсолютного времени начала измерений, величина измерительного тока) и включаем ток. Создаем текстовый файл с уникальным именем для записи результатов измерений.



Основной цикл измерений, проводимых в процессе охлаждения и отогрева измерительной ячейки криостата

В основном цикле мы измеряем и записываем в файл данных:

- время в секундах (от начала цикла, с точностью до 10 мсек),
- сигнал с датчика ®Baratron в вольтах),
- напряжение на реперном резисторе, в Вольтах),
- напряжения на каждом из образцов. При этом предполагается, что все образцы соединены последовательно и через них проходит общий ток.

В случае, когда по условиям опыта последовательное соединение образцов нежелательно, коммутацию токов через образцы придется производить вручную. При переключении измерительных каналов мультиметра необходимо учитывать время переходных процессов замыкания/размыкания реле, которое не превышает 100 мс. Графическое построение временной и температурной зависимостей средствами LabVIEW может быть полезной для контроля хода эксперимента.

Дополнительный цикл измерений

Этот цикл предназначен для измерения вольт-амперных характеристик образцов в характерных точках температурного интервала, в которых условия теплоотвода могут сильно изменяться (в жидком гелии ниже и выше λ -точки, в газообразном холодном гелии, в атмосфере при нормальных условиях). Для изменения тока мы, за каждый проход цикла, добавляем приращение ΔU_0 к текущему значению напряжения, генератора Ag33220 и устанавливаем условия смены знака этого приращения при достижении предельного значения U_0^{\max} . В течение цикла величина U_0 должна пробегать значения $0 \rightarrow U_0^{\max} \rightarrow 0 \rightarrow -U_0^{\max} \rightarrow 0$ после чего следует обеспечить выход из цикла и восстановить первоначальное значение U_0 . Запуск цикла можно инициировать вручную или задать условия его включения в виде температурного или временного интервала. Визуализация вольт-амперной характеристики средствами LabVIEW может быть полезной для контроля хода эксперимента.



Завершение программы

Выключаем измерительный ток на Ag33220. Завершаем работу с приборами. Закрываем дескриптор файла записи данных.

4 Проведение измерений в диапазоне температур 4.2-300 К.

- Проверьте работоспособность газового термометра.
- Проверьте работоспособность схемы измерений .
- – установите гелиевый дьюар. **Работая с дьюарами надевайте защитные очки!**
- Произведите откачку криостата форвакуумным насосом. Затем, закрыв линию откачки, напустите в криостат гелий из гелиевой сети и закройте кран. В процессе охлаждения, давление газообразного гелия в криостате можно контролировать по положению стрелки механического вакуумметра. Таким образом можно оценить скорость охлаждения криостата и правильно выбрать время, когда в него можно будет заливать жидкий гелий.
- Установите азотный дьюар и залейте в него жидкий азот.

Охлаждение криостата жидким азотом в условиях, когда гелиевый дьюар открыт на воздух, приведет к намерзанию воды и кислорода из воздуха в криостате. Заливайте жидкий азот только при откаченном или заполненном гелием криостате!

- Теперь, пока криостат медленно остывает, можно запустить программу и начать измерения.
- Заливку гелия можно начинать, когда температура в криостате опустится ниже 100К. Обычно это происходит за 40 минут и определяется качеством гелиевого дьюара.

Межколбовое пространство азотного дьюара должно быть откачано до хорошего вакуума. В гелиевом же дьюаре должно находиться небольшое количество теплообменного газа, который сначала обеспечивает теплоотток от внутренних частей криостата к азотному дьюару, а затем вымерзает, восстанавливая теплоизоляцию. В качестве теплообменного газа обычно используют водород или неон при давлении ~ 10 Торр.

- Произведите заливку гелия. Не работайте в одиночку, по крайней мере, пока не наберетесь опыта. Процесс штатной заливки в стандартный $\varnothing 60$ мм гелиевый дьюар занимает 1-2 минуты. Для первого раза залейте немного гелия, – лишь бы он прикрывал камеру с образцом.

В процессе заливки температура образца может сильно отличаться от температуры колбы газового термометра. Поэтому на этом этапе, в диапазоне температур от ~ 100 -4.2 К измерения проводить не удастся.

- После получасового установления теплового режима криостата с комнатой запишите величину сигнала с Varatron'a, она понадобится для калибровки газового термометра.
- Проведите измерения в диапазоне температур от $\sim 100-4.2$ К. Используя конструктивные возможности криостата, аккуратно поднимите вставку так, чтобы смонтированный на колбе газового термометра образец оказался на высоте ~ 5 см, над поверхностью гелия. Для этого придется временно ослабить латунную уплотнительную гайку на капролоновой капке криостата.
- Производите измерения до тех пор, пока жидкий гелий в криостате не испарится. Когда температура образца поднимется до ~ 70 К, можно аккуратно снять азотный дьюар и продолжить измерения до полного отогрева.

Оставшийся в снятом с установки дьюаре жидкий азот стоит слить в азотную рубашку транспортного гелиевого дьюара.

Не проводите операцию по снятию дьюара с азотом в одиночку. Не выливайте жидкий азот на пол или в раковину! Они этого не выдержат!

По окончанию работы откачайте гелий из криостата. При комнатной температуре гелий диффундирует в межколбовое пространство стеклянного дьюара, что приводит к потере его теплоизолирующих свойств.

5 Проведение измерений в диапазоне температур 4.2-1.2 К.

Измерение температуры в диапазоне 4.2-1.2 К нужно производить по давлению насыщенных паров гелия. Газовый термометр тут работает плохо. Поэтому, чтобы измерять это давление Varotro'ом, мы жертвуем калибровкой газового термометра и открываем вентиль соединяющий его с объемом криостата.

ВНИМАНИЕ !!!

Открыв этот вентиль, мы ни в коем случае не должны закрывать его до ПОЛНОГО ОТОГРЕВА криостата. Иначе давление, возникающее при отогреве холодного гелия в колбе газового термометра, разорвет эту колбу и, что еще хуже, разорвет датчик Varatron'a. (2 атмосферы, это максимум, что он выдержит!)

- Повторите описанную ранее процедуру подготовки и заливки гелия в установку. Запустите программу измерений.
- Включите насос гелиевой откачки. При этом вентиль к линии гелиевой откачки должен быть закрыт. Дождитесь, пока гелиевый насос выйдет на рабочий режим и начинайте очень медленно приоткрывать вентиль. Как только вы заметите, что откачка началась, перекройте гелиевую сеть (иначе вы будете ее откачивать:). Все время контролируйте давление по стрелке механического вакуумметра и не отходите от установки. При малом открытии вентиля он работает неустойчиво.

- Постепенно приоткрывая вентиль понижайте температуру. При достижении давления в ~ 5 мБар произойдет переход гелия в свертекущее состояние, что можно увидеть по внезапному успокоению кипящей до этого поверхности жидкого гелия. Далее можно открыть вентиль откачки полностью, температура при этом будет довольно медленно опускаться до предельно низкой.
- Произведя измерения при охлаждении образца, начните измерения при его отогреве до 4.2К. Для этого закройте кран откачки и выключите гелиевый насос. Температура начнет подниматься, – сначала очень медленно, потом все быстрее и быстрее. Этот процесс можно контролировать по стрелке механического вакуумметра.

В данной фазе работы не оставляйте установку без присмотра!

Во время отогрева криостата до 4.2К все линии для испаряющегося гелия перекрыты. Не прозевайте момент, когда давление в криостате поднимется до атмосферного. Дальнейшее испарение гелия в запертом объеме приведет к срыву (или даже взрыву) стеклянных дьюаров

- Откройте линию гелиевой сети. Теперь можно спокойно продолжить измерения до полного испарения жидкого гелия и отогрева криостата.

По окончании работы откачайте гелий из криостата. При комнатной температуре гелий диффундирует в межколбовое пространство стеклянного дьюара, что приводит к потере его теплоизолирующих свойств!

6 Обработка результатов измерений

- Используя GnuPlot обработайте и постройте графики зависимости сопротивления образцов от температуры, а также графики вольт-амперных характеристик образцов. Графики должны иметь подписи к осям, заголовки и прочую информацию, позволяющую понять к чему он относится.
- Рассмотрите все известные вам механизмы рассеяния носителей зарядов и для каждого случая перерисуйте графики в осях (логарифмических, обратных, степенных и проч.), в которых данный механизм рассеяния явно проявляется или мог бы проявляться.

Качественные информативные графики служат хорошей основой для сообщения о результатах работы в отчете, докладе, научной статье. Сохранив макрос с командами GnuPlot'a, вы сможете использовать его впоследствии.

7 Отчет о лабораторной работе

7.1 Примерная структура отчета

- Титульный лист: название работы, ФИО, место учебы, курс, № учебной группы, дата.
- Формулировка задачи.
- Короткая обзорная («теоретическая») часть.
Дайте ссылки на те книги и журналы, информацию и данные из которых вы используете. Основная задача изложенного вами в теоретической части, – сформулировать физическую модель и выписать формулы для сравнения результатов вашего эксперимента с теорией.
- Описание эксперимента:
 - схема установки и ее описание;
 - схема измерений и ее описание;
 - скриншоты написанных вами программ LabVIEW и краткое описание ее функционирования;
 - газовый и/или конденсационный гелиевый термометр (если в данной работе он использовался): схема, расчет, калибровка, оценка ошибок при измерении температуры.
- Экспериментальные образцы. Процедура их приготовления, монтаж в криостате. Не лишним будут фотографии как самого образца, так и наиболее существенных фаз их приготовления.
- Результаты измерений. Необходимо привести рисунки с графиками экспериментальных результатов. Каждый график должен содержать название, обозначение осей (что по осям и в каких единицах) и сопровождаться подписью. Подпись должна быть подробной и самодостаточной. При сравнении результатов эксперимента с теорией следует изображать расчетные и экспериментальные кривые в тех шкалах (логарифмических, степенных, обратных и др.), в которых сравнение является наиболее наглядным.
Не забывайте об оценке погрешностей измерений!
- Обсуждение результатов. Надо убедительно показать, что полученные результаты надежны.
Постарайтесь рассмотреть всевозможные факторы, от которых результаты Вашего опыта могли бы существенно зависеть. Не было ли перегрева образцов, успевала ли выравниваться температура образца и газового термометра, не вошли ли в результаты неконтролируемые сопротивления подводящих проводов, ...? Тут можно привести как результаты соответствующих контрольных опытов, так и грубые оценки возможных паразитных эффектов.
- В Заключении нужно кратко сформулировать итоги работы и выводы, вытекающие из сравнения полученных результатов с ожидаемой теоретической моделью. Чем можно объяснить наблюдаемые отличия и какое улучшение методики работы можно было бы рекомендовать.
- В конце отчета приведите список использованной литературы;