

Материалы с перколяционной проводимостью при температурах 1.3-300 К

Версия 2014.12

Задача. Используя стандартные толсто пленочные SMD-резисторы (Чип-резисторы), изучить электрические свойства материалов, обладающих перколяционным механизмом проводимости. Приготовить пригодные для практического применения криотермометры и выполнить их калибровку в диапазоне температур 1.3-300 К.

Ключевые слова: керметы, перколяция, прыжковая проводимость, тунеллирование, механизмы рассеяния зарядов, вторичные термометры.

Литература

- В.Ф. Гантмахер *Электронны в неупорядоченных средах* М.,ФМ, 2005, гл.4,8.
- S. Gabáni, K. Flachbart, V. Pavlík «*Microstructural Analysis and Transport Properties of RuO₂-Based Thick Film Resistors*», Acta physica polonica A, **113**, p.625, 2008.
- Эфрос А. Л. Физика и геометрия беспорядка. (Библиотечка «Квант», вып.19, М.: Из-во «Наука», 1982.- 176 с.

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;
-

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 электропроводов 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 протекание (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 Немного о толсто пленочных чип-резисторах

Один из распространенных рецептов изготовления чип-резистора

В качестве подложки чип-резисторов используют керамику, полученную спеканием порошков из одного или нескольких электронепроводящих окислов. Обычно это керамика на основе Al_2O_3 . К ней относятся:

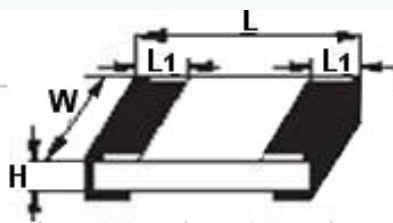
- керамика 22ХС, содержащая 96% Al_2O_3 с размером зерен (и, соответственно, шероховатостью) поверхности 1 мкм.
- керамика «Поликор», содержащая 99% Al_2O_3 , имеющая очень гладкую поверхность с шероховатостью 0.05 мкм.

Резистивный слой получают в результате отжига нанесенной на поверхность подложки пасты, состоящей из трех компонентов:

- тонкодисперсного ($<30 \mu m$) порошка стекла ($SiO_2 + V_2O_3 + Al_2O_3 + TiO_2 + PbO$);
- мелкоизмельченного порошка RuO_2 , обладающего проводимостью;
- биндера из углеводородных соединений (например, этиленгликоля или воска) обеспечивающего жидкотекучесть и вязкость пасты.

После нанесения пасты на подложку она высушивается при температуре 400С, а затем отжигается при температуре 500-700 С, при которой стекло плавится. В результате, резистивный слой представляет собой диэлектрическую матрицу с вкраплениями проводящих частиц RuO_2 .

Типоразмеры чип резисторов



| Тип | L | W | H | L1 | Номинальная мощность, Вт | Рабочее напряжение, В | Макс. допустимое напряжение, В | Рабочий диапазон температур |
|------|------|-----|------|------|--------------------------|-----------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| 0201 | 0,60 | 0,3 | 0,23 | 0,13 | 0,05 | 12 | 50 | -55°/+125°С |
| 0402 | 1,00 | 0,5 | 0,35 | 0,25 | 0,062 | 50 | 100 | -55°/+125°С |
| 0603 | 1,60 | 0,8 | 0,45 | 0,3 | 0,1 | 50 | 100 | -55°/+125°С |
| 0805 | 2,00 | 1,2 | 0,4 | 0,4 | 0,125 | 150 | 200 | -55°/+125°С |
| 1206 | 3,20 | 1,6 | 0,5 | 0,5 | 0,25 | 200 | 400 | -55°/+125°С |
| 2010 | 5,00 | 2,5 | 0,55 | 0,5 | 0,75 | 200 | 400 | -55°/+125°С |
| 2512 | 6,35 | 3,2 | 0,55 | 0,5 | 1,0 | 200 | 400 | -55°/+125°С |

Маркировка чип резисторов

Резисторы с допуском 1% маркируются 4-мя цифрами, а с допусками 2%, 5% и 10% всех типоразмеров кроме 0402 маркируются 3-мя цифрами. Номинал рассчитывается умножением первых (двух, трех) цифр на 10 в степени равной последней цифре. У низкоомных положение десятичной точки обозначается буквой R. Примеры маркировки:

442x10²=44,2кОм.

24x10²=2,4кОм

2.2 Ом

2.2 Припайка тоководов к образцу

- Припаяйте к образцу тонкие ($\varnothing 50\mu\text{м}$) медные тоководы для измерения сопротивления образца по 4-х точечной схеме. Для этого положите на керамическую пластину два (зачищенных на обоих концах и посередине) проводника и закрепите их концы скотчем. Тонким пинцетом подсуньте чип-резистор под провода, как на фотографии, и аккуратно нанесите припой паяльником.

Для получения качественной пайки слегка смочите место пайки спиртовым раствором канифоли (флюс ЛТИ), а горячее жало паяльника протрите мокрой салфеткой.

Не зачищайте жало паяльника напильником! Современные жала изготовлены из **несмачиваемого** припоем сплава (не из меди!), покрытого тонким слоем смачиваемого припоем слоя. Если этот слой повредить, жало придется выбросить!



2.3 Сколько подготовить образцов и какой номинал выбрать?

Подготовьте к измерениям три образца. Один образец номиналом 430 Ом. При охлаждении его номинал возрастет не менее чем на порядок, что вполне подходит для его практического применения в качестве термометра и вы сможете его использовать в своей дальнейшей работе. Кроме этого интересно испытать и другие, отличающиеся на порядок по сопротивлению номиналы, чтобы определить возможные отличия в их температурном поведении.

Не забывайте вести подробные записи в своем лабораторном журнале!

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 откачено 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 $\text{Ø}60$ 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 ~ 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 свертекучее 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;