

# 材料电学和磁学性能变温测量方法的研究

张 岩, 邢 云, 申婧翔, 王国锋, 李培刚, 唐为华

(浙江理工大学光电材料与器件中心, 杭州 310018)

**摘 要:** 在分析材料物理性能测量原理的基础上,采用虚拟仪器技术对低温系统和测量仪表进行控制,搭建了材料电学性能和交流磁化率测量装置,使用 LabVIEW 程序进行信号采集、数据处理和实时显示,实现了测试的自动化和智能化。通过对已知材料物理性能的测量来校正测量系统,对测量误差产生的原因进行了分析,在 LabVIEW 程序中嵌入了误差校正子程序,实现了数据的精确测量。结果表明,设计的测量系统可以灵敏准确地对材料的电学性能和交流磁化率进行测量,电阻测量上限可以达到  $10^{11} \Omega$ ,交流磁化率的测量可以精确地确定材料磁性转变的温度。

**关键词:** 电阻测量; 交流磁化率测量; 误差分析; 虚拟仪器技术

**中图分类号:** TM934 **文献标志码:** A

## 0 引 言

随着材料科学的发展,人们对材料物理性能的认识也越来越深入,相关的测试技术也在不断发展。其中对电学性能和磁学性能测量是半导体材料测量中非常重要的两方面<sup>[1]</sup>,电学性能测量一般包括电阻随温度的变化( $R-T$ ),不同温度下的电流电压特性( $I-V$ )等,磁学性能测量主要包括交流磁化率、磁滞回线等方面的测量。

现在关于这两个方面性能测量的仪器非常多,但是也存在很多问题,比如,测量精度高的仪器价格非常昂贵,有些测量系统功能比较多,但是客户也只用其中的一部分功能,造成资源的浪费;有些系统不能实现客户的个性需求,所以现在很多实验室都倾向于自己搭建测量系统。一般来说,自己设计和搭建系统,都是购买一些商业化的仪表和平台,加上自己的设计装置,利用虚拟仪器技术,将这些仪表和装置结合起来,从而实现测量的要求。虚拟仪器技术是美国国家仪器公司 NI 在 20 世纪 80 年代初提出的一种全新的仪器设计理念。它的核心思想是利用

软件编程的方式将传统仪器中负责进行数据处理和人机交互的部分移植到计算机上。这样用户就可以在计算机上更改仪器功能、操作界面、测量方法、数据处理和分析的算法以及结果显示的方式,并按照自己的需求组建测量和自动化系统。对于自己搭建的仪器,最重要的是能够达到测量所需要的精度和准确度,这需要进行系统评估和检验。

笔者利用低温系统和测量设备 KEITHLEY 2400 源测表和 SR830 数字锁相放大器,搭建材料物理性能变温测量装置,测量材料电阻随温度的变化( $R-T$ )情况和交流磁化率随温度变化( $\chi-T$ )情况。对测量系统的原理、方法及测量误差进行分析研究和测试验证。并利用虚拟仪器技术将测量系统以软件的方式移植到计算机上,用户只要进行简单的界面操作,程序就会自动地完成测量任务。

## 1 测量系统组成

图 1 所示为测量系统组成框图,整个系统是由恒温室、低温系统、真空系统、测量设备和计算机组成。恒温室为一密封的腔体,内由导热杆、样品台、

收稿日期: 2011-09-20

基金项目: 国家自然科学基金项目(60806045, 51072182),浙江省自然科学基金项目(Y1110519);浙江省大学生科技创新活动计划(2012R406053)

作者简介: (1986-),男,江苏沐阳人,硕士研究生,主要从事测试计量与仪器的研究。

加热器和温度传感器组成,样品台、加热器和温度传感器都嵌在导热杆上。导热杆与制冷机连接,提供低温环境。在样品台上有8个接线柱,上面4个接线柱与KEITHLEY 2400源表连接,用于材料的电学性能测量,下面的4个接线柱与SR830数字锁相放大器连接,用于材料的磁学性能测量;温度传感器和加热器与温控仪连接,检测样品台温度及对其加热,它们与制冷机一体构成低温控制系统,工作时可提供5~325 K的温度范围;真空系统是由机械泵、分子泵和真空腔组成,工作时可提供 $1 \times 10^{-4}$  Pa左右的真空度。利用GPIB总线将2400源表、SR830数字锁相放大器、lakeshore 331温控仪与计算机进行通信,通过LabVIEW软件控制仪器的参数和测量过程,并处理和显示采集的数据。

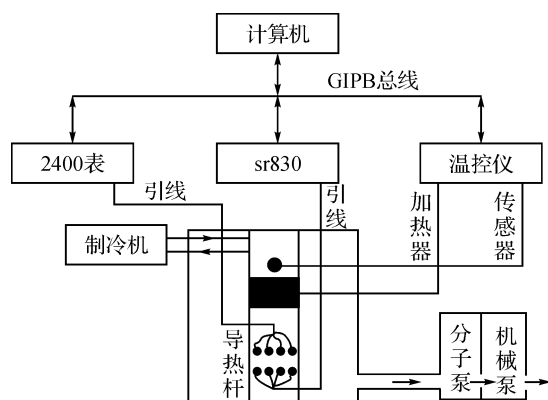


图1 测量系统组成框图

## 2 测量原理及方法设计

### 2.1 材料的电阻测量原理及程序设计

根据测量电路的不同,从材料的阻值上将材料分为中低值电阻和高值电阻。中低值电阻是指 $10^{-3} \sim 10^8 \Omega$ 的电阻,高值电阻是指 $>10^8 \Omega$ 的电阻。图2所示是二线法和四线法的测量原理图,图2中 $V_M$ 为电压表读数, $V_R$ 为被测电阻电压降, $R_{LEAD}$ 为引线电阻。图2(a)是二线法原理图,根据欧姆定律,被测电阻是

$$\frac{V_M}{I} = R + 2R_{LEAD}$$

但实际电阻是 $R$ ,误差 $2R_{LEAD}$ ,主要是由引线电阻导致。图2(b)是四线法原理图,图中电压表避开干路中的引线电阻,而用另外的引线加到被测电阻两端,虽然又引入了 $2R_{LEAD}$ 的电阻,根据并联电路规律,取样电流很小,可以忽略不计,可认为 $V_M$ 与 $V_R$ 相等,测量电阻为

$$\frac{V_M}{I} = \frac{V_R}{I} = R$$

四线法可以很准确地测出被测电阻值。

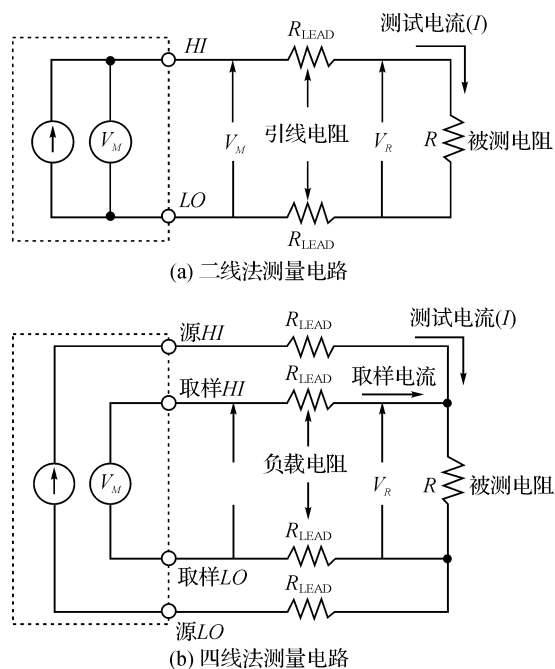


图2 二线法与四线法测量原理

在低温测量系统中,导致测量误差的因素很多,比如引线、接触电阻、材料的热效应和电路的电流泄漏等。一般在中低阻测量时,主要考虑引线电阻、接触电阻和材料的热效应引起的误差,采用图2(b)四线法电路可以消除引线电阻误差,但是激励电流很大,持续地加在样品两端,使样品发热,采用脉冲电流激励方式可以将热效应的影响降到最低,不仅如此,在测量薄膜样品时,若在样品与电极之间或者薄膜表面有缺陷,会影响测量的稳定性和精确性,采用脉冲激励可以减少缺陷的影响<sup>[2]</sup>;高值电阻测量时,引线电阻可以忽略,电流泄漏现象会影响测量的准确性,一般使用电压源激励,将图2(a)虚线框中仪表换为电压源测电流的方式。

图3所示为材料的电学性能测量中电阻降温( $R-T$ )的程序流程图,程序利用LabVIEW软件开发,具有较好的人机交互界面<sup>[3-5]</sup>。测量开始前,在程序操作界面上,激励源可以是电流源或者电压源,激励方式可以采用持续或者脉冲激励,接线方式为二线法或者四线法,源值、量程大小、采集温度范围及其间隔可以根据需要进行设置。如果选择脉冲激励的方式,还需要设置源激励时间。测量时,当程序监控系统的温度达到设定值时,系统得到一个反馈信号,开始采集2400表的电压或者电流值,计算出电阻,然后自动转入下一个温度点监视,所采集到的数据保存并在界面上实时显示。

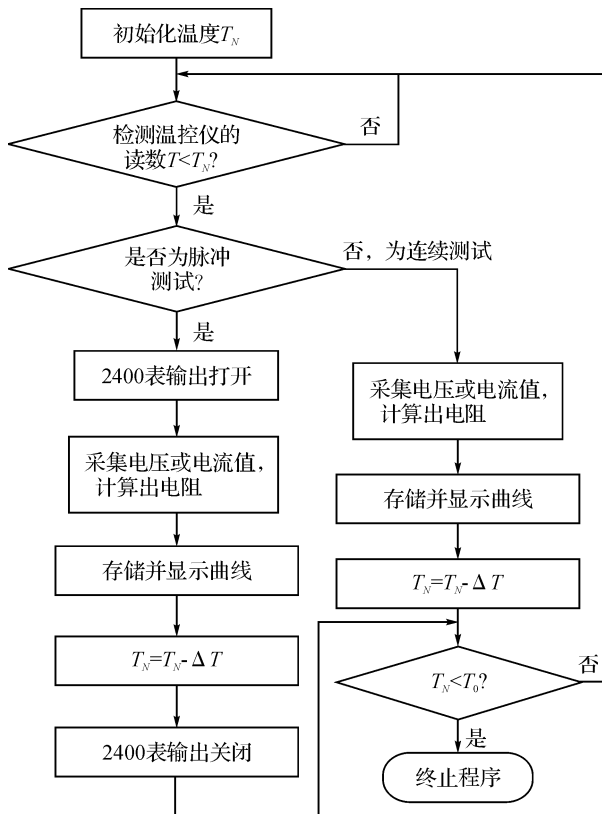


图 3 电阻降温(R-T)测量流程

## 2.2 材料的交流磁化率测量原理及程序设计

利用互感法测量材料的交流磁化率的原理如图 4 所示,用两个相互感应的线圈,在初级线圈通入交流源,次级线圈产生感应电动势,根据样品放入次级线圈前后感应电动势的改变计算出交流磁化率<sup>[6-7]</sup>。用次级线圈的自感量替代互感量,次级线圈的自感为

$$L_1 = \mu_0 n^2 V \quad (1)$$

$\mu_0$  为真空的相对磁导率, $n$  为线圈的匝数, $V$  为线圈的体积。

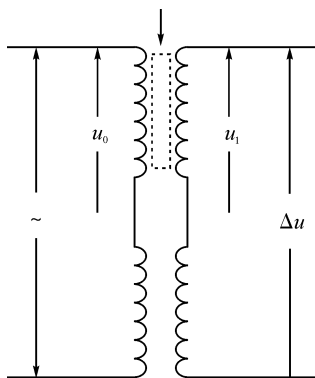


图 4 互感法测交流磁化率原理

放置样品进去之后次级线圈的自感为

$$L_1' = \mu_r \mu_0 n^2 V \quad (2)$$

$\mu_r$ —样品的相对磁导率, $\mu_r = \chi + 1$ , $\chi$  为样品的交流磁化率,引起的自感变化为

$$\Delta L = L_1' - L_1 = \chi L_1 \quad (3)$$

由式(3)知,样品的交流磁化率  $\chi$  与次级线圈的自感变化  $\Delta L$  成正比关系。

又知互感电动势为

$$u = -L_1 \times \frac{\partial i}{\partial t} \quad (4)$$

故,放置样品前后互感电动势的变化量与交流磁化率  $\chi$  成正比

$$\Delta u \propto \chi \quad (5)$$

将交流磁化率变换为复数形式,交流磁化率的实部和虚部( $\chi'$ 和 $\chi''$ )分别代表样品的交流磁化率和交流损耗。

互感线圈的绕制选用绝缘性和导热性很好的陶瓷作为骨架, $\Phi 0.1$  mm 的铜线两根并在一起绕制初、次级线圈 650 匝,电阻为  $28.6 \Omega$ ,用同样的规格再绕制相同的互感线圈。将其浸在聚乙烯醇缩醛胶水中,放一段时间,使绕线之间稳固致密。为了具有良好的导热性,将制作好的互感线圈嵌入一空心铜块中,让铜块与低温导热杆良好接触。如图 4 所示,将两个相同的互感线圈初级串联,次级串联反接,这样可以削弱由于交流作用产生的背底信号,在放入样品前,两端测得的电压为 0,放入样品后两端的电压为  $\Delta u$ ,可以直接测得样品的交流磁化率。

图 5 为材料的交流磁化率降温测试程序流程图。测量前,在程序界面上设置 SR830 锁相放大器

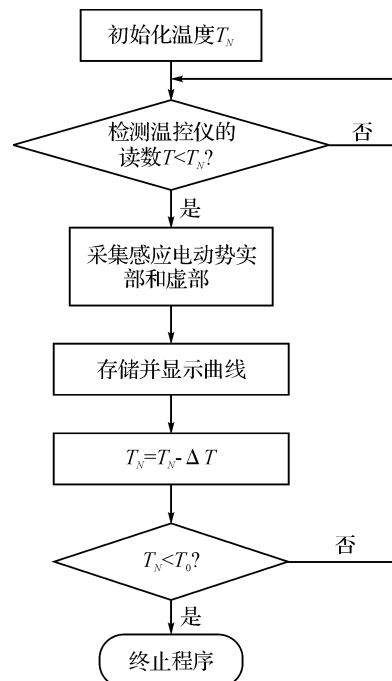


图 5 交流磁化率降温(χ-T)测量流程

的采集时间常数、灵敏度和交流信号幅频值<sup>[8]</sup>。由于数字锁相放大器的两路参考信号的相位相差 $90^\circ$ ，所以两路输出 $X, Y$ 分别对应交流磁化率的实部和虚部<sup>[9]</sup>。测量时，程序监视温控仪的读数，当程序检测到系统温度达到设定的温度时，采集锁相放大器的 $X, Y$ 输出，程序转入下一温度点进行监视，将所采集到的数据存储并在界面实时的显示。

### 3 测试及结果分析

#### 3.1 测试材料电阻及结果分析

为了验证中低值电阻测量时样品两端加持续电流及样品缺陷对测量的影响，选用未经抛光的硅薄膜为测试样品，用持续和脉冲电流激励方式分别作了 $R-T$ 测试，温度的测试范围为 $5\sim 300$  K。其测试结果如图6所示。图6中纵坐标电阻单位为任意单位，很明显地可以看出曲线2要比曲线1测量稳定，在曲线1中有许多跳变点且电阻较大，温度相变点较曲线1滞后37 K。分析原因可能是持续电流激励时，硅薄膜表面的缺陷使测试不稳，电阻变大；持续的电流在样品中产生焦耳热，致使温度相变点严重滞后。

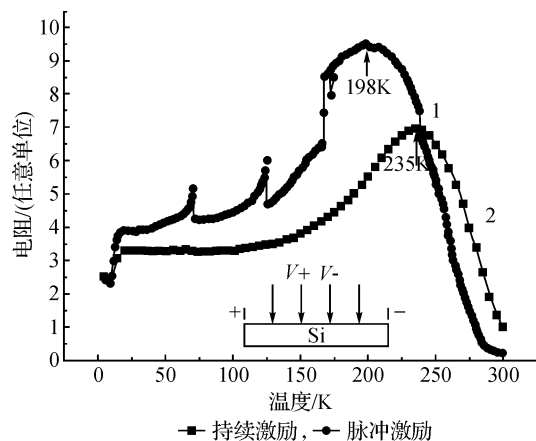


图6 持续和脉冲电流激励方式测量的 $R-T$ 图

为了验证在高阻测量时泄漏电流对测量的影响，在恒温室内部和外部用二线或者四线法测量一系列标准电阻(1 k, 10 k, 100 k, 1 M, 10 M, 1 G, 10 G, 100 G $\Omega$ )的阻值，其测量误差如图7所示，曲线内部和外部在测量电阻 $<10$  G $\Omega$ 时，基本重合，误差在容许范围内，但是在测100 G $\Omega$ 电阻时曲线内部的误差高达30%，曲线外部的误差依然在容许范围内，证明KEITHLEY 2400表可以测量高达100 G $\Omega$ 的电阻<sup>[10]</sup>。在外部测量时，由于引线可以很短，几乎不存在电流泄漏现象，而在内部测量时，会出现电流泄漏现象，产生电流泄漏的因素有很多，比如很长

的导线，连接内外部导线的转接口和接线柱与样品台之间的绝缘性不好等。但是，在内部对100 G $\Omega$ 标准电阻进行电流电压扫描( $I-V$ )时，发现电流电压呈现很好的线性关系。

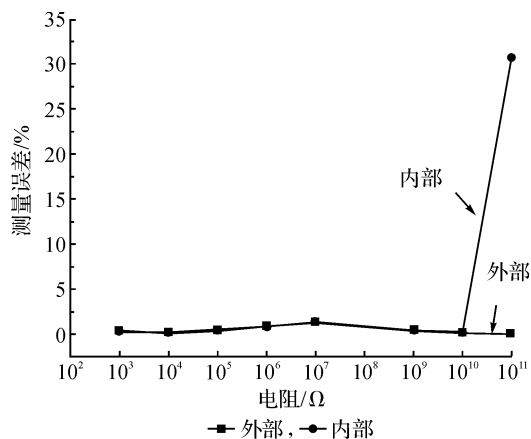


图7 恒温室内部和外部测量不同标准电阻的误差

图8(a)所示是用 $I-V$ 扫描测得的标准电阻100 G $\Omega$ 的 $I-V$ 曲线测量值与理论值的对比，虽然测量值与理论值相差很大，但 $I-V$ 曲线仍是一条直线，斜率比理论值要大些，即被测电阻偏小。这说明虽然造成

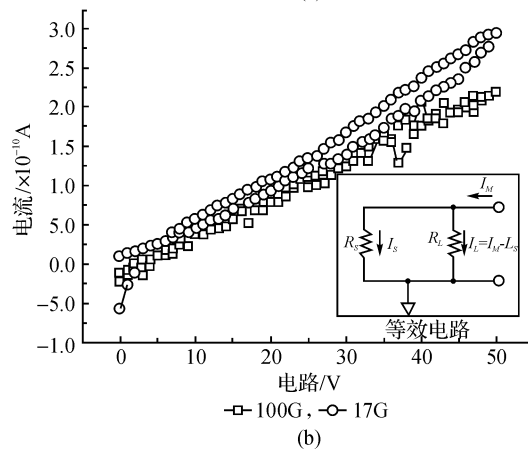
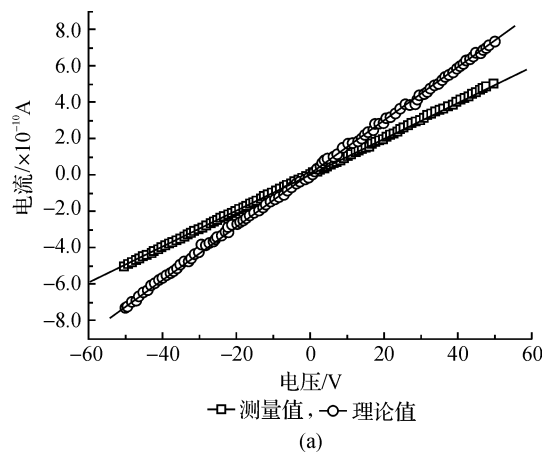


图8 (a) $I-V$ 扫描100 G $\Omega$ 标准电阻的 $I-V$ 曲线；  
(b)标准电阻17 G $\Omega$ 和100 G $\Omega$ 的 $I_L-V$ 曲线

电流泄漏的因素很多,但是泄漏电流是遵循一定的规律的,即泄漏电流与所加扫描电压成正比,比例系数为  $K_L$ 。为了说明  $K_L$  与测量电阻的关系,用图 8(a)中的方法测量  $17\text{ G}\Omega$  标准电阻,根据图 8(b)内插等效电路图分别将  $17\text{ G}\Omega$  和  $100\text{ G}\Omega$  测量值和理论值相减,得到图 8(b)中泄漏电流( $I_L$ )与扫描电压曲线。图 8(a)中两条曲线基本重合且呈线性,说明比例系数  $K_L$  与测量电阻  $R$  ( $10\text{ G}\Omega < R < 100\text{ G}\Omega$ ) 无关,为一定值。可将泄漏部分等效为一高值定阻  $R_L$ ,经过多次测量,计算出  $R_L$ 。这样可以根据并联公式:

$$R = \frac{R_L \times R_M}{R_L + R_M}$$

通过程序计算出被测电阻  $R$ ,被测电阻应比泄漏电阻  $R_L$  要小。 $R_L$  与引线、接头的连接方式及接线柱之间的绝缘层有关,所以不同的测试系统泄漏电阻不同。高阻测量时也可以用二线法电流源激励

方式测量,其误差分析方法与电压源激励方式相同,但是在用电流源激励时所用电压表的内阻要比被测电阻大得多。

### 3.2 测试材料交流磁化率及结果分析

在实验中,用  $0.2\text{ g La}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{MnO}_3$  (LCMO)多晶粉末作为测试样品。理论上两个反接的空线圈的输出电动势为零,但是不能保证所制作的线圈完全一致,所以,在测试样品之前,需要先测试空线圈的互感电动势,然后再测量放入样品后的互感电动势,样品本身引起的互感电动势是样品放入前后互感电动势的变化量。

测量结果如图 9 所示,分别使用  $300$ 、 $500$  Hz 和  $1000$  Hz 频率的电压信号测量从  $50 \sim 300\text{ K}$  温度范围的交流磁化率,纵坐标为任意单位。随着频率的增加,所测交流磁化率的实虚部信号有明显的增强,LCMO 粉末交流磁化率的相变温度  $T_c$  在  $180\text{ K}$  附近,这与文献[11-12]报道的基本相符。

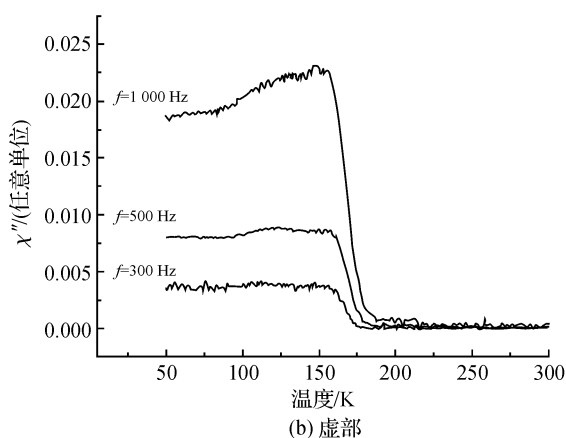
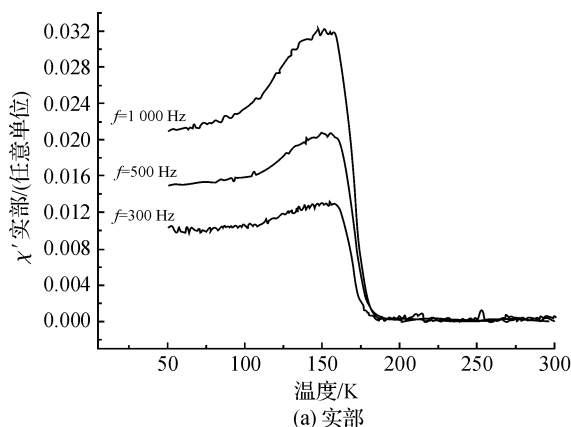


图 9 少量的 LCMO 粉末在温度从  $50\text{ K}$  到  $300\text{ K}$  测得的交流磁化率

## 4 结 论

利用虚拟仪器技术搭建的材料物性测试平台,在电学性能测量方面,通过对中低值电阻测量的分析比较,选用脉冲激励方式可以较准确地测出电阻随温度的变化,在高值电阻测量时,通过对数据的修正可以使测量范围增加到  $10^{11}\text{ }\Omega$ ;在磁学性能测量方面,通过对互感线圈制作方法的研究,搭建了一套交流磁化率测量装置,可以很灵敏地测出材料的交流磁化率的相变温度点。

### 参考文献:

[1] Czichos H, Saito T, Smith L. Springer Handbook of Materials Measurement Methods[M]. New York: Springer, 2006: 431-484, 485-529.

[2] Keithley Instruments Inc. 6th Edition of Low Level Measurements Handbook[M]. 2004: 1-44.  
 [3] 杨乐平,李海涛,杨 磊. LABVIEW 程序设计与应用[M]. 北京:电子工业出版社,2005.  
 [4] 张 岩,姜 平. 基于 LABVIEW 自动控制测纳米材料的电性能[J]. 纳米科技,2010,7(5): 74-79.  
 [5] National Instruments Corporation. LABVIEW User Manual[M]. 2003.  
 [6] 詹文山. 交流磁化率的测量[J]. 实验技术,1982(12): 732-736.  
 [7] 赵 丹. 超导材料电磁性能测试系统的开发及初步应用[D]. 成都:西南交通大学,2007.  
 [8] Stanford Research Systems. Model SR830 DSP Lock-In Amplifier User's Manual[M]. Stanford Research Systems, 1999: 1-29.  
 [9] 黄明哲,殷景华. 高临界温度超导体的交流磁化率测量[J]. 电测与仪表,1992(7): 25-27.

- [10] Keithley Instruments Inc. Model 2400 Series User's Manual[M]. Keithley, 2001: 1-24.
- [11] Hong C S, Chi E O. Magnetic glassiness below curie temperature in  $\text{La}_{0.8}\text{Ca}_{0.2}\text{MnO}_3$  [J]. Journal of the Physical Society of Japan, 2002, 71(6): 1583-1588.
- [12] Pissas M, Papavassiliou G. The phase diagram and magnetic properties of  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  compounds for  $0 < x < 0.23$  [J]. J Phys Condens Matter, 2004, 16: 6527-6540.

## The Study of Measurement Method for Temperature Dependence of Material's Electrical and Magnetic Properties

ZHANG Yan, XING Yun, SHEN Jing-xiang, WANG Guo-feng, LI Pei-gang, TANG Wei-hua

(Center for Optoelectronics Materials and Devices, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou 310018, China)

**Abstract:** Based on the principle of materials physical properties measurement, this thesis sets up electrical property and ac susceptibility measurement systems by controlling a low temperature system and measurement instruments with Virtual instrument technology. In addition, it uses LabVIEW to carry out signal acquisition, data processing and results displaying automatically and intelligently. In order to test the system, this thesis performs some known material's electrical and magnetic properties measurements in the system. After analyzing the reason for false creation, it programs a LabVIEW program to correct the measurement results with the aim to improve the precision. The developed systems are sensitive and accurate so that it can be use it to measure resistance in the range up to  $10^{11}\Omega$  and transformation temperature of ac susceptibility.

**Key words:** resistance measurement; ac susceptibility; error analysis; virtual instrument technology  
(责任编辑: 马春晓)