

## 实验室笔记

# 高温超导体的自动电阻测量

### 简介

自从发现高温超导体以来，对这一课题的研究迅速爆增。更低成本的测试装置和材料（液态氮与液态氦）也为更多实验室从事材料和工艺研究创造了条件。

许多实验室正在研究小材料样本、传感器应用或薄膜传感器。这些样本一般在较低电流密度（毫安与几十安培）下测试。由于采用了小测试电流和极低的电阻，因此测得的电压极低。即使是很普通的误差也会严重地降低总系统精度。例如，系统布线产生的热电压误差可能比测得的电压还要大，电场或磁场产生的噪声会降低系统灵敏度，从而无法进行可重复测量。

本实验室笔记旨在解决这些问题，并介绍具有以下功能的系统：

- 测量和消除热电压误差。
- 同时控制典型的实验室环境中的电场和磁场产生的噪声。
- 自动处理测量的详细信息。
- 系统灵敏度为 $1\mu\Omega$ ，最高分辨率为 $0.01\mu\Omega$ 。

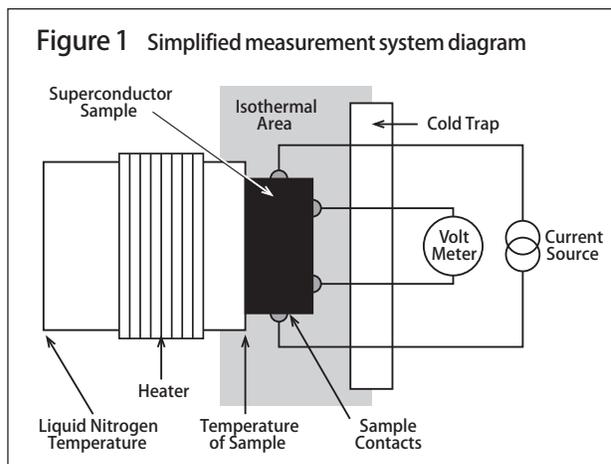
### 基本测量法

典型的超导体测量的范围介于几欧姆至零欧姆（理想状态下）之间。这些低阻值需要采用4线测量法来消除引线电阻产生的影响。即使做足了这些预防措施，由于热效应引起的电压而产生的误差仍会导致测量回路出现错误。

不同材料的接点处如出现热梯度，就会产生热电压。大多数测试系统都采用铜与铜的连接来防止形成不同材料的接点。不过，与样本的连接会不可避免地产生热耦合接点。热梯度可以采用“冷阱”来控制，冷阱有助于将所有布线和样本保持在相同的温度。鉴于测得的电压较低，并且热梯度较高，因此需要采用进一步的热电压误差校正措施。

有些系统采用交流信号来测量样本电阻。由于热电压为直流，因此它们会被拒绝进行测量。不过，交流测量法会产生由于系统杂散电感和电容引起的误差，除非采用极低频率的交流信号，否则这些杂散效应会变得相当大。

另一种方法是采用图1所示的简化系统的准直流测试法。采用正测试电流进行电压测量( $V_1$ )；然后电流被反向，再进行另一次电压测量( $V_2$ )。如果两次测量都是在热梯度变化之前进行的，热电压就会在最终的计算中消除。



热电压模式如图2所示。这里只显示了测量回路中的热电偶，因为只有这些热电偶影响了系统精度。在正确布线的系统中，所有接点都是铜与铜的连接，包括与测量仪器的连接。这样，形成的唯一的热电偶接点就是铜线与样本之间的连接。

如果热电偶都是采用相同的材料制成的，并且温度完全相同，那么热电压就会完全消除。不过，在实际情况中，这种理想的状况很少出现。材料中出现的任何一丁点儿温度偏差都会阻止热电压消除，在某些情况下可能无法完全使用铜与铜的连接。

准直流测试法可以消除系统中的所有剩余的热电压。最终的电阻计算公式是：

$$R_{DUT} = \frac{V_1 - V_2}{|2I|}$$

其中： $R_{DUT}$  = 待测器件的电阻  
 $V_1$  = 第一次测得的电压  
 $V_2$  = 第二次测得的电压  
 $I$  = 测试电流（2个电流，大小相同，方向相反）

这种关系只有在两个热电偶之间的温差在两次电压测量期间不发生变化时才成立。在实际的系统中，热梯度随时间而变化，几乎不可能使系统在获取读数之前达到完全的热平衡。在这种情况下，热电压就无法完全消除，计算公式中就会加入误差项。误差项是两个热电偶随时间的温差变化的函数。包含热电压和此电压变化的计算公式如下所示：

$$V_{1(measured)} = V_1 + V_{th}$$

$$V_{2(measured)} = V_2 + V_{th} + \delta V_{th}$$

其中： $V_{th}$  = 测量 $V_1$ 时的热电压

$\delta V_{th}$  = 获取第一个和第二个电压读数之间的热电压 ( $V_{th}$ ) 变化

合并各项并假设 $V_2 = -V_1$ ，可得：

$$R_{DUT} = \frac{(V_1 + V_{th}) - (-V_1 + V_{th} + \delta V_{th})}{|2I|}$$

进一步简化后可得：

$$R_{DUT} = \frac{V_1 + (\delta V_{th})/2}{|I|}$$

请注意， $\delta V_{th}$ 是温度的函数：

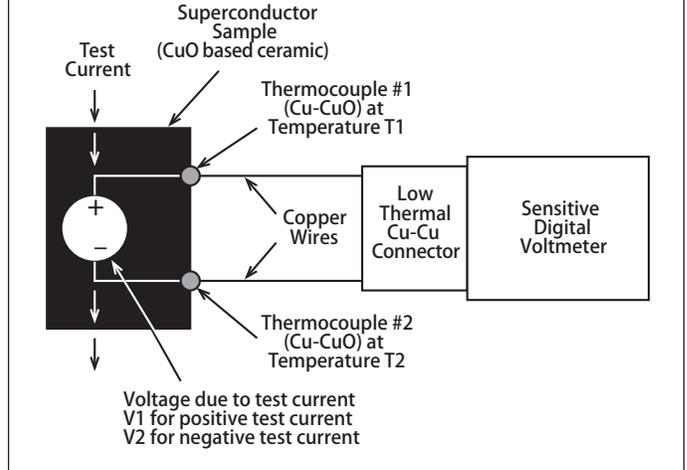
$$\delta V_{th} = k(\delta T),$$

其中， $\delta T$ 是获取第一个读数后温差( $T_1 - T_2$ )的变化， $k$ 是热电电压系数。

由于 $\delta T$ 表示一段时间后两个热电偶之间的温度变化，因此它是时间的隐函数。在这种情况下，我们可以取电阻的微分，其中时间( $t$ )是函数域。通过取近似值，我们得到：

$$\Delta R_{DUT} = \frac{k}{2|I|} \frac{d(\delta T)}{dt} \Delta t$$

Figure 2 Thermal EMF model of system



确保获取两个电压读数的时间很近 ( $\Delta t$ 较小) 可以最大限度地减少该误差项。此外，如果采用了适当的低温恒温器和冷阱设计，就可以将  $\delta T$  限制为样本冷却速度的极小一部分。

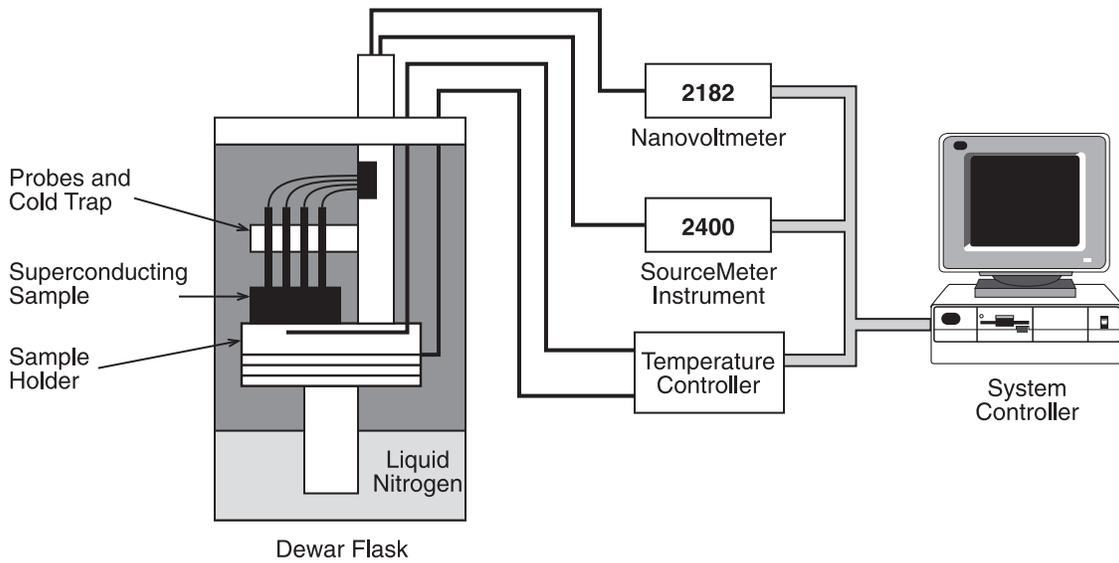
## 实际的测量装置

图3是采用吉时利2182型纳伏表和吉时利2400型SourceMeter源表测量电阻的基本超导体电阻测量测试系统。相对于样本，电压引线应采用具有低塞贝克系数的材料。吉时利2182型纳伏表的极高灵敏度对于实现精确的测量来讲至关重要，因为该应用需要能够测量极低的电压。如果应用需要皮伏分辨率，则可以采用吉时利1801型纳伏前置放大器与吉时利2001型或2002型数字万用表，实现更高的灵敏度。吉时利2400型Source Meter源表可以源出高达1A的双极性电流。

测试电流的值必须足够高，以便能够检测到电阻的显著变化，不过不能等于或者超过样本的临界电流。如果测试电流超过了材料的临界电流，样本的电阻会迅速增加。如果电流过高，耗散的功率可能会损坏样本和低温恒温器。

假设完全消除了热电压，测量精度会受所用仪器的限制。吉时利2182型纳伏表和吉时利2400型SourceMeter源表的精度确定了电阻分辨率和精度，而温度控制器的特性则确定温度精度。误差项计算公式如下：

Figure 3 Resistance measurement system



### 电阻精度

吉时利2400型源表，100mA输出精度： $\cong 0.066\%$

吉时利2182型纳伏表，10mV范围精度： $\pm 54\text{ppm}$ （满量程输入）

系统精度和分辨率取决于电流源和伏特表的精度：

系统精度： $\cong \pm 0.0714\%$ （对于100mA的测试电流和10mA的电压测量）。

系统分辨率（未采用滤波器）：

$$\Delta R = \Delta V/I \leq 1\text{nV}/100\text{mA} = 10\text{n}\Omega (10^{-8}\Omega)$$

### Delta测量模式

吉时利2182型纳伏表内置了Delta测量模式。这种模式可以提供准直流电流反向技术的测量和计算，以消除温差电动势的影响。每个Delta读数都是根据通道1的两个电压测量结果计算而来：一个测量交流电流源的正相，一个测量负相。

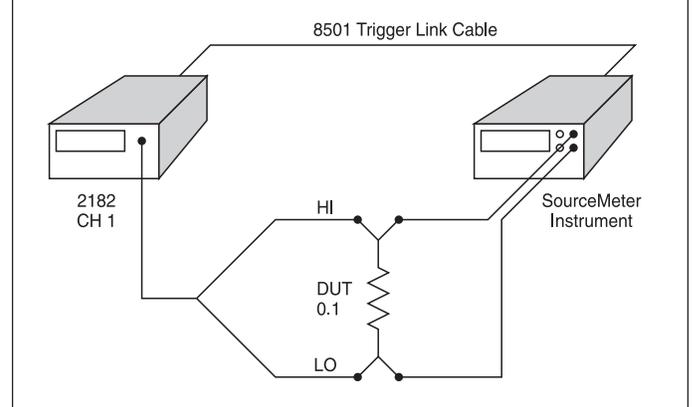
吉时利2182型纳伏表经过优化后可在测量速率设置在1至5 PLC时提供低噪声读数。在1 PLC的速率下，电流可在100ms后反向。在5 PLC的速率下，电流可在333ms后反向。在这些读数速率下，电源线引起的噪声应该可以忽略。采用滤波器可以减少峰峰值读数变化。

吉时利2182型纳伏表进行的Delta测量需采用交替极性源。这种源必须具有与吉时利2182型纳伏表的外部触发功能兼容的外部触发功能。以下方法介绍了如何采用吉时利2400型源表和吉时利2182型纳伏表进行Delta测量。

通过配置成进行自定义扫描，吉时利SourceMeter源表（2400、2410或2420型）可以用作双极性电流源。自定义扫描一般由多个指定的源点组成。为提供电流反向，正电流值将被分配到偶数点，负电流值则被分配到奇数点。采用Delta测量模式的应用需要固定电流或者幅度增长的电流。需要固定电流时，源表可以配置成输出一个双极性2点自定义扫描。该扫描可以运行指定的次数，或者可以连续运行。例如，如果测试需要1mA的固定电流，自定义扫描的两个双极性扫描点则是+1mA和-1mA。需要幅度增长的电流时，自定义扫描可以配置成包含测试所需的所有电流值。

吉时利2182型纳伏表、吉时利2400型SourceMeter源表和待测器件的互连如图4所示。

Figure 4 Delta Measurement connections



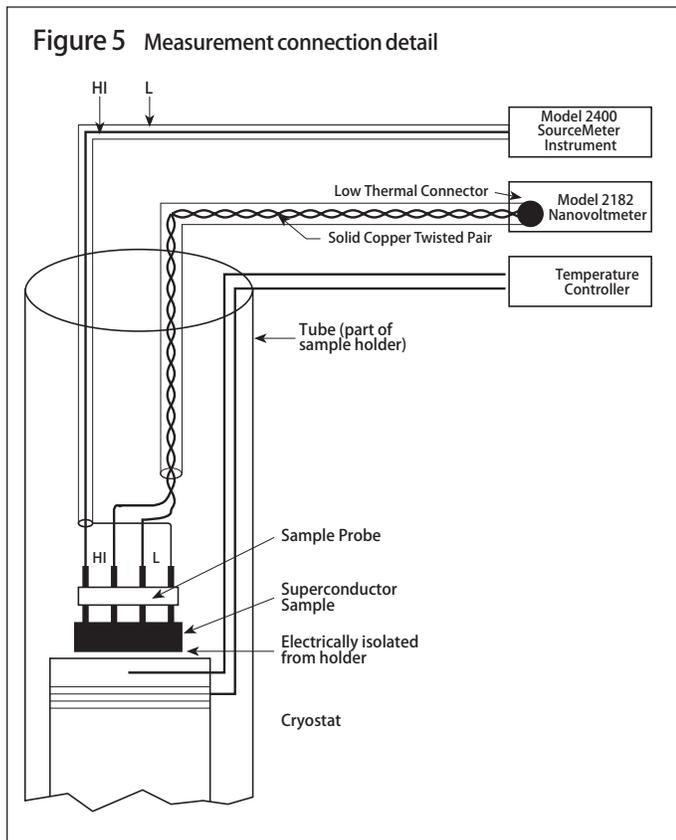
这个应用也需要用8501型触发连接电缆将吉时利2182型纳伏表连接至吉时利2400型SourceMeter源表。

## 系统噪声控制

低级测量的另一个问题是系统噪声和噪声控制。在这类应用中，所有的线路都是低阻抗，这可以最大限度地减少对屏蔽的需要。不过，鉴于要测量的电压较低和大多数实验室都存在的电气噪声水平，大多数应用可能都需要一些屏蔽。

磁场产生的噪声是这种应用的另一个重要因素。伏特表引线中的任何回路都会拾取较小的磁场变化，这种变化会使引线中产生电流。此电流将在电压读数中作为噪声显示出来。将引线拧在一起，同时尽可能缩短引线，可以显著降低这种噪声。如果实验室有不断变化的大磁场，那么可能需要采用特殊的磁屏蔽（高导磁合金）。

另一个控制噪声的方法是在系统软件中增加滤波器设计。例如，平均滤波器可以将噪声降低平均样本数的平方根。不过，额外增加滤波器会延长测量周期。请注意，应该始终对计算出的电阻值（而不是电压读数）进行滤波。对电压进行滤波会降低电压读数速率，由于每个测量周期的两个电压读数之间的间隔时间增加了，从而会增加热电压误差。



## 系统软件

硬件配置和连接的详细信息完成后，设计和实现软件驱动程序就不费吹灰之力了。由于测量方法现已明确，因此实现该方法的步骤就比较简单了。如需了解该方法的进一步参考，请参阅吉时利2182型纳伏表手册中的“比率和Delta”章节，标题为“采用SourceMeter源表进行Delta测量的步骤”。

系统定时读数速率是所有软件设计的关键考虑因素。吉时利2182型纳伏表可以每10-15ms左右通过IEEE-488总线发送一个低电压读数，吉时利2400型源表可以在100-500ms的时间内输出设定的电流，具体时间取决于源出电流的范围和值。由于每次计算电阻需要两个电压读数，每个完整的周期需要20ms至30ms。吉时利2182型纳伏表传输ASCII读数的总线传输速率是一个限制因素。不过，将数据存储于吉时利2182型纳伏表的内部数据缓冲器中，并在稍后调出该数据，可以缩短整个测量周期的时间。这种计算没有将温度控制器以及通过总线记录和传输的所有温度测量所需的时间考虑在内。

图6是用于编写吉时利2182型纳伏表和吉时利2400型源表的程序的一组子例程样本，包括测量结果的调用。这只是采用Delta测量模式实现电阻测量的一个示例。请参阅吉时利2182型纳伏表用户手册中的第5部分“比率和Delta”，了解测试超导体材料的更多示例。

图6所示的子例程用于设置仪器以及启动吉时利2182型纳伏表并从中获取读数。程序开始时调用SetupInst子例程，启动仪器。请注意，此子例程中的设置可以根据具体的要求进行更改。如果需要将吉时利2182型纳伏表的测量范围设定为10mV之外的值，这是很容易修改的，修改读数速率也很容易。同样，吉时利2400型源表也是如此。可以特定电流源出范围修改程序，以便最好地满足电流要求。

TakeReading子例程发送两个电流值至将输出的吉时利2400型源表。这两个电流值中，一个必须为正，一个必须为负。此程序介绍了如何使用±100mA的输出。不过可以修改程序，以满足特定的要求。吉时利2400型源表一旦有所需的电流值，出现读数时就会立即启用2182 SRQ（服务请求），同时启动其触发功能。最后，吉时利2400型源表的输出将会导通，触发功能将启动。然后，该子例程等待来自吉时利2182纳伏表的SRQ。确定吉时利2182纳伏表发出的SRQ后，吉时利2400型源表的输出会立即关断，同时获取Delta读数。在读数和电流已知的情况下，就可以计算出电阻。在此子例程的末尾，读取测量状态寄存器会清除吉时利2182纳伏表的SRQ。最后，两个仪器的触发控制将被复位，吉时利2400型源表中所有未执行的触发都将被清除。如果温度控制器正在运行，用来控制温度和获取温度读数的所有命令都会整合到此子例程中。

## Figure 6 Software Driver Listing

```
Sub SetupInst()  
  
    'Send Reset command to 2182 and 2400. 2182 at Address 16, 2400 at Address 24.  
  
    Call Send(16, "*RST", status%)  
    Call Send(24, "*RST", status%)  
  
    'Set 2182 Voltage Function, 10mV range, reading format, and triggering functions.  
  
    Call Send(16, ":Sens:Func Volt", status%)           'Set 2182 reading mode to volts  
    Call Send(16, ":Sens:Volt:Chanl:Range 0.010, status%) 'Channel 1 at 10mV range  
    Call Send(16, ":Sens:Volt:NPLC 1", status%)         '1 Power Line Integration rate  
    Call Send(16, ":Sens:Volt:Delt On", status%)        'Delta Mode on  
    Call Send(16, ":Sens:Volt:Dig 6", status%)          '6 1/2 digit resolution  
    Call Send(16, ":Trig:Sour Ext", status%)            'External triggering  
    Call Send(16, ":Trig:Count 2", status%)             'Trigger count of two  
    Call Send(16, ":Form:Elem Read", status%)          'Return readings only  
    Call Send(16, ":Stat:Meas:Enab 32", status%)        'Set to SRQ on Reading Available  
  
    'Set 2400 for 100mA range, 2V maximum compliance  
    Call Send(24, ":Sens:Func 'Volt'", status%)         'Set 2400 reading mode to volts  
    Call Send(24, ":Sens:Volt:NPLC 0.01", status%)      '.01 Power Line Integration rate  
    Call Send(24, ":Sens:Volt:Prot 2", status%)         'Voltage Compliance at 2 volts  
    Call Send(24, ":Arm:Coun 1;Sour Imm;Tcon:Dir Sour", status%)  
  
    'Set ARM layer triggering  
    Call Send(24, ":Trig:Sour TLIN", status%)           'Set TRIGGER layer for TLINK  
    Call Send(24, ":Trig:Dir Sour", status%)            'Trigger Source bypass  
    Call Send(24, ":Trig:Tcon:Dir Sour", status%)  
    Call Send(24, ":Trig:Outp Sour", status%)           'Output Trigger after source  
    Call Send(24, ":Trig:Coun 2", status%)             'Trigger count is two  
    Call Send(24, ":Trig:Del 0", status%)              'No trigger delays  
    Call Send(24, ":Sour:Func:Mode Curr", status%)      'Source Current  
    Call Send(24, ":Sour:Curr:Mode List", status%)      'Current List mode  
    Call Send(24, ":Sour:Curr:Rang 100E-3", status%)    '100mA Range  
    Call Send(24, ":Sour:Del 0", status%)              'Source delay is 0  
  
End Sub  
  
Sub TakeReading()  
  
    'Send to the 2400 the positive and negative current values  
    PosCurrent = 0.1: NegCurrent = PosCurrent * -1  
    Call Send(24, ":Sour:List:Curr "+ str$(PosCurrent) + "," + str$(NegCurrent), status%)  
  
    Call Send(16, "*SRE 1", status%)                   'Set alternating values  
    Call Send(16, ":Init", status%)                    'Enable 2182 SRQ  
    Call Send(16, ":Init", status%)                    'Initialize 2182 triggering  
  
    'Turn on 2400 output and initialize sequence  
    Call Send(24, ":Output On", status%)               'Turn on 2400 Output  
    Call Send(24, ":Init", status%)                   'Initialize 2400 Triggering  
  
    'At this point, the program waits for the SRQ from the 2182.  
    'When the SRQ is identified, execute the following code:  
  
    Call Send(24, ":Output Off", status%)              'Turn off 2400 Output  
  
    Call Send(16, ":Fetch?", status%)                  'Query 2182 for Delta Reading  
    Call Enter(Delta$, 20, 1%, 16, status%)           'Get delta reading  
  
    Resistance = Val(Delta$) / PosCurrent              'Compute resistance  
  
    'In order to reset the instruments and clear the SRQ,  
    'the following commands need to be sent to the 2182 and 2400:  
    Call Send(16, ":Stat:Meas?", status%)              'Query 2182 for poll value  
    Call Enter(poll$, 20, 1%, 16, status%)            'Get poll value  
    Call Send(16, ":Abort", status%)                  'Reset Triggering in 2182  
    Call Send(24, ":Abort", status%)                  'Reset Triggering in 2400  
    Call Send(16, ":Trig:Clear", status%)             'Clear all pending 2400 triggers  
  
End Sub
```

## 电阻与电阻率

采用此系统测量的实际参数是样本电阻。电阻（测量单位为欧姆）是材料和样本尺寸和形状的函数。不过，体积电阻率（测量单位为欧姆-厘米）只是材料的函数。

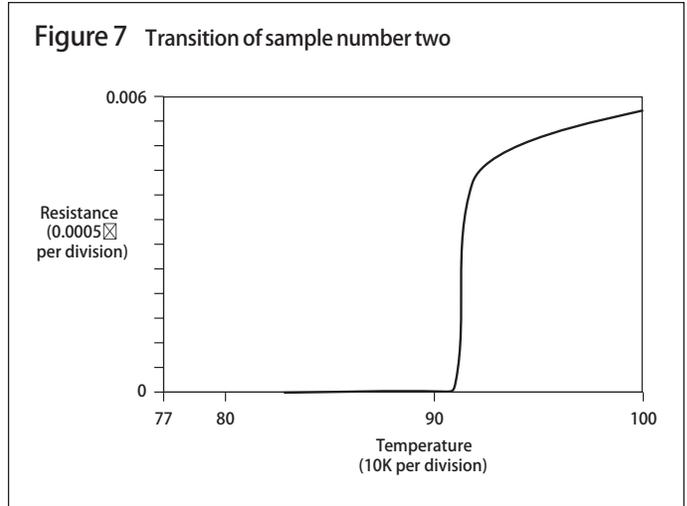
只要样本形状和尺寸相同，不同样本之间的电阻比较就是有效的。对于每个样本来讲，探针的放置方式和间隔也必须相同。样本架和共线探针可以处理好间隔和放置方式的问题。

电阻率测量的测试方法和计算往往比较容易实现，半导体行业一般采用这些方法。已经针对许多不同的样本形状进行了测试方法和几何校正的计算。

如果样本是一个圆盘，那么就可以采用四点共线探针。如果样本是条状或者桥状（平行六面体），则可以采用两点或其它多触点方法。如果样本是相似的，可以采用van der Pauw（范德堡）测试法。范德堡测试法还可以确定样本电阻率是否是不均匀的。

这些测试法和校正因素的具体细节在ASTM标准手册（10.05卷，标准编号F43、F76和F84）有详细的介绍。

如果样本不满足标准要求，可以采用具有已知电阻率的样本材料对系统进行“校准”。已知材料的电阻率应与测试样本的电阻率相似，并且尺寸和形状相同。测得已知样本电阻，然后根据 $CF = (\text{电阻率})/R$ 计算校正系数(CF)。于是，可以通过 $(\text{电阻率}) = R \times CF$ 来计算出超导样本电阻率。



## 本文小结

开发本系统旨在介绍直流测量法，并阐述实现自动测量超导体电阻和温度的方法。本系统实现起来相对比较简单。最大的难点在于样本与测试引线的连接。由于只提供了三个样本，因此采用上等铜线和银粉漆来连接样本。

如图7所示，由于样本温度是变化的，因此可以绘制出电阻与温度图。

为了确定临界电流，可以将吉时利2182型纳伏表与吉时利2400型源表配合使用，从而产生一定电流范围内的精确I-V曲线。在扫描模式下工作时，吉时利2400型源表可以源出几百皮安至1A的电流。

本系统还可以用来测试不同的参数。临界密度与温度是可以采用此系统测得的典型测量参数。如果需要更高的电流密度，可以采用更高的电源（带脉冲功能和/或终止检测器），而不采用吉时利2400型源表，比如吉时利2430型1kW脉冲源表。

霍尔效应和范德堡电阻率等其它测试可以增加到此系统中。这些测试需要系统中有一些信号切换，必须针对低热电压设计开关，以防止出现信号衰减。吉时利7168型纳伏扫描卡和吉时利7001或7002型开关控制器非常适合用于此类测试。

说明书如有变动不另行通知。  
所有吉时利的注册商标或商标名称都是吉时利仪器的财产。  
所有其它注册商标或商标名称都是相应公司的财产。

**KEITHLEY**

美国吉时利仪器公司

全国免费电话: 400-650-1334/800-810-1334 邮箱: china@keithley.com  
网址: www.keithley.com.cn