

Přehledný referát

ELEKTRICKÁ VODIVOST A JEJÍ MĚŘENÍ NA PEVNÝCH LÁTKÁCH

VLADIMÍR CHÁB

Fyzikální ústav ČSAV, 162 53 Praha 6, Cukrovarnická 10

ÚVOD

V tomto článku bude podán systematický přehled různých měřicích metod nejčastěji používaných pro získání údajů o vodivosti kovů, polovodičů a izolátorů. V krátkosti budou diskutovány faktory ovlivňující použitelnost metod a jejich přesnost. Za tyto faktory považujeme tvar vzorku, přechodové odpory, okolní atmosféru, povrchové izolující nebo vodivé vrstvy, svody a další rušivé vlivy.

Měření vodivosti je ve vědecké práci podkladem pro popis vlastností pevných látek. Existuje množství literatury popisující experimentální a měřicí techniky s podrobně diskutovanými přednostmi a nevýhodami jednotlivých metod. S ohledem na dobrou dostupnost vhodných pramenů nebudeme podrobně diskutovat jednotlivé metody a doplníme je odkazem na literaturu [1].

1. PŘÍMÉ METODY MĚŘENÍ [2], [3]

Do této skupiny metod zahrneme takové, ve kterých je přímo aplikován Ohmův zákon, měří se proudová hustota a intenzita elektrického pole. Největším zdrojem chyb u těchto metod jsou kontakty. Často je nezbytné měřit napětí na vzorku napěťovými sondami, oddělenými od proudových kontaktů, samozřejmě bezproudově, tj. voltmetrem s alespoň o řád vyšším vstupním odporem nebo elektrometrem. Je-li vodivost definována vztahem

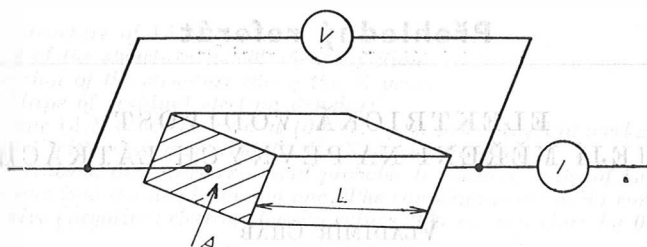
$$\sigma = I/V \cdot L/P \quad [\Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}], \quad (1)$$

kde I [A] je měřený proud, V je rozdíl potenciálů na sondách, L [cm] je délka vzorku a P je plocha kontaktu [cm²], je změření vodivosti ekvivalentní přesnému určení proudu, napětí a rozměrů vzorku. (Výraz [1] platí v případě, že počet nosičů náboje je dostatečný a není ovlivněn teplotními fluktuacemi. Metoda není proto vhodná pro vzorky s velmi malou vodivostí.)

Tato definice předpokládá homogennost vzorku a jeho stabilitu v čase. Zdůrazníme, že zkoumání těchto dvou faktorů tvoří důležitou součást všech metod měření vodivosti.

2. PROUDOVĚ NAPĚŤOVÁ MĚŘENÍ [4]

Je to nejjednodušší metoda měření vodivosti, která je přímou aplikací vztahu (1). Měříme úbytek napětí na celém vzorku a proud tekoucí vzorkem (obr. 1). Nezbytná je přesná znalost rozměrů vzorku a pravidelný geometrický tvar.



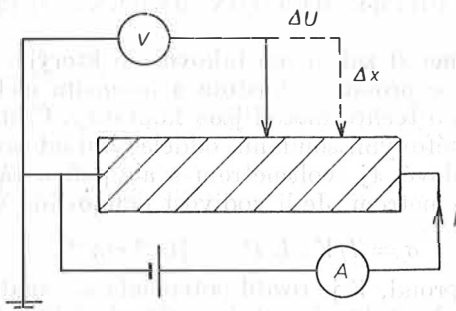
Obr. 1. Uspořádání pro měření odporu metodou voltmetr-ampérmetr.

3. SONDOVÉ METODY [5]—[11]

Jestliže přechodové odpory na koncích vzorků dosahují značných hodnot, jako je tomu např. u většiny kontaktů kov—polovodič, polovodič—polovodič, jsou jednoduchá „proudově napěťová“ měření zatížena značnou chybou. Pro vyloučení těchto chyb byly vypracovány různé sondové metody, které jsou v současné době nejrozšířenějšími při měření vodivosti na kovech i na polovodičích.

3.1. Jednosondová metoda

Pokles potenciálu je měřen mezi jedním koncem vzorku a hrotem, který bývá posuvný podél vzorku (obr. 2). Předpokladem pro dobrou funkci metody je broušený povrch s vysokou povrchovou rekombinací, ohmický nízkohmo-



Obr. 2. Metoda určení měrného odporu jednosondovou metodou.

vý kontakt, naprosto konstantní proud, měření poklesu potenciálů pro oba směry proudu, abychom vyloučili chyby způsobené termoelektrickými efekty nebo usměrňováním uvnitř vzorku. Hodnotu elektrického pole získáme grafickou derivací křivky $V = f(x)$ nebo přesněji jako $\Delta V / \Delta x = E$. Δx udává odstup dvou poloh sondy při různých na sebe navazujících měřeních. Pro vysokou životnost hrotu je optimální jeho radius zakřivení $10\ \mu\text{m}$, elektroliticky opracovaný do požadovaného tvaru a jako materiál je vhodná ocel, wolfram, fosforbronz. Abychom eliminovali vlastní usměrňovací efekty sond je vhodné používat voltmetry s co nejvyšším vstupním odporem (bezprůdobé měření rozdílu potenciálu) i za cenu jistého snížení citlivosti. Při vysokých

odporech je výhodné používat elektrometry. Praktický požadavek je, aby vstupní odpor zařízení byl alespoň o řád větší než přechodový odpor. Při měření se kompenzuje napětí v jedné poloze hrotu a v druhé se měří pouze jeho změna. Lze tak používat citlivějších rozsahů indikačního přístroje.

3.2. Dvousondové metody

Je měřen rozdíl potenciálu mezi dvěma sondami a proud vzorkem. Nahradíme-li délku vzorku L ve vztahu (1) vzdáleností sond D , vodivost je dána vztahem

$$\sigma = \frac{DI}{V_D} A. \quad (2)$$

V případě, že průměr kontaktu sondy se vzorkem je srovnatelný s veličinou D , je nutné úzkostlivě měřit vzdálenost obou sond, a to spíše vzdálenost mezi jejich středy, než nejkratší vzdálenost mezi nimi.

Pro úspěšné měření musí být zaručen dobře definovaný tvar vzorku, jeho homogenita alespoň v oblasti srovnatelné s odstupem sond, musí být chráněn před vlivem světla nebo jiného záření, proud procházející vzorkem jej nesmí zahřívat, napětí měříme bezproudově a pro obě polarizace proudu (usměrňování a termonapětí). V případě, že proudové kontakty injektují nebo extrahují nosiče náboje, je nutné umístit sondy v dostatečné vzdálenosti, tj. mimo část vzorku, která je zasažena extrakcí nebo injekcí nosičů náboje. Požadavky na vstupní odpor voltmetru jsou stejné jako u jednosondové metody. Přesnost metody je dána přesností určení geometrických rozměrů krystalu a odstupu sond. U běžných zařízení je měřená hodnota zatížena 5% chybou. Tato metoda je nejčastěji používána se stejnosměrným zdrojem proudu, ale může být také použita se střídavým zdrojem. V tomto případě bývá kombinována s měřením Hallova efektu.

3.3. Čtyřbodová sondová metoda [12]

Její hlavní použití je při rychlém rutinním měření, zvláště na polovodičích. Proudové i napěťové kontakty jsou bodové, uchycené v jednom speciálním držáku. Takové uspořádání dovoluje měření nebo testování homogenity vzorku a v jistém smyslu výsledky nezávisí na tvaru a velikosti vzorku. Jsou-li všechny kontakty v jedné řadě se stejným odstupem (obr. 3) a je-li průměr hrotů zanedbatelný vzhledem ke vzdálenosti s mezi nimi, je vodivost dána vztahem

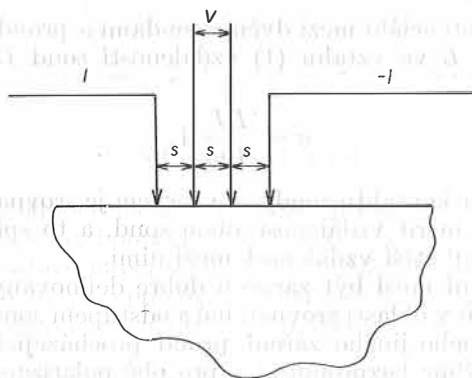
$$\sigma = I/2\pi Vs. \quad (3)$$

V případě, že mezi kontakty není stejná vzdálenost, je vodivost dána vztahem:

$$\sigma = I/2\pi V \cdot \left(\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} - \frac{1}{S_2 + S_3} \right). \quad (4)$$

Tyto vzorce nabývají platnosti pouze v případě, že vzdálenosti mezi sondami jsou malé ve srovnání s nejmenším rozměrem vzorku, žádná ze sond není umístěna příliš blízko okraje vzorku a vzorek má dostatečnou tloušťku (tj. poměr mezi tloušťkou vzorku w a vzdáleností sond s splňuje podmínku $w/s > 3$).

Jestliže tato podmínka není splněna, je nutno výsledná data násobit korekční funkcí $G(w/s)$. V současné době jsou v odborné literatuře publikovány programy na geometrické korelace výsledků měření čtyřbodovou metodou v závislosti na tvaru vzorku, jeho tloušťce a uspořádání sond. S použitím takového programu lze aplikovat čtyřbodovou metodu i na velmi tenké kovové vzorky.

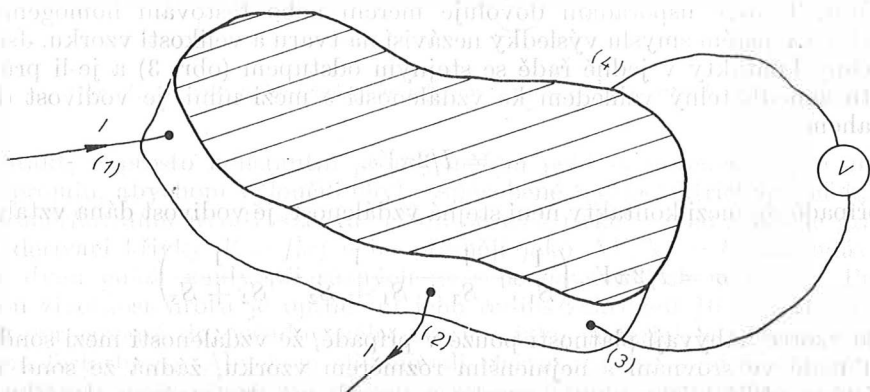


Obr. 3. Uspořádání čtyř bodových sond pro měření odporu.

Čtyřbodová metoda je velmi rozšířena a používá se jak v průmyslu a laboratořích, tak i pro měření vodivosti Země. Při vhodné konstrukci aparatury a s použitím korekcí je chyba metody menší než 5 %. Nevýhodou je, že výsledky mohou být ovlivněny povrchovými vrstvami s jinou vodivostí než vlastní materiál.

3.4. Metoda Van der Pauwa [10]

V některých případech nemáme k dispozici materiál v dostatečném množství a nebo tvaru. Byla vyvinuta metoda umožňující měření vodivosti na tenkých nepravidelných destičkách. V tomto krajním případě kontakty jsou



Obr. 4. Uspořádání kontaktů podle Van der Pauwa.

umístěny na obvodě tenké desky. Uspořádání elektrod má být pokud možno symetrické, aby nesymetrie napětí (bez vnějšího pole) bylo minimální. Je pozoruhodné, že výsledek nezávisí na geometrických rozměrech, pouze na tloušťce vzorku. Je však požadován homogenní vzorek s neporušeným povrchem.

Jestliže si definujeme veličiny $R_1 = \frac{\Delta U_{34}}{I_{12}}$ a $R_2 = \frac{\Delta U_{23}}{I_{14}}$, můžeme měrnou vodivost vyjádřit vztahem

$$\frac{1}{\sigma} = \frac{\pi}{\ln 2} w \frac{(R_1 + R_2)}{2} f, \quad (5)$$

f = je korekční faktor, který je pouze funkcí poměru R_1/R_2 .

$$\frac{1}{2} \exp(\ln 2/f) = \cosh \left[\frac{(R_1/R_2) - 1}{(R_1/R_2) + 1} \cdot \frac{\ln 2}{f} \right]. \quad (6)$$

Schematické znázornění metody Van der Pauwa je na obr. 4.

4. URČENÍ VODIVOSTI Z MĚŘENÍ ODPORU ŠÍŘENÍ POD KONTAKTEM [10]

Jestliže je jeden kontakt na vzorku tvořen jemným tenkým drátem (maloplošný kontakt), druhý je libovolný, s tím omezením, že jeho plocha je dostatečně velká a přechodový odpor nízký, byla rozvinuta speciální technika určení vodivosti na základě měření odporu šíření pod maloplošným kontaktem. V popsaném uspořádání údaj odečítaný na ohmmetru určuje odpor pod maloplošným kontaktem.

Maloplošný kontakt může mít tvar:

a) kruhový plošný, b) polokulový, c) nepravidelný. Volba tvaru závisí na druhu materiálu použitého pro kontaktní drát a na jakosti povrchu vzorku. V prvních dvou případech lze z odečítané hodnoty odporu R a známého poloměru kontaktu d vypočítat měrnou vodivost pomocí vztahů:

$$a) \sigma = \frac{1}{2dR}, \quad (7)$$

$$b) \sigma = \frac{1}{\pi dR}. \quad (8)$$

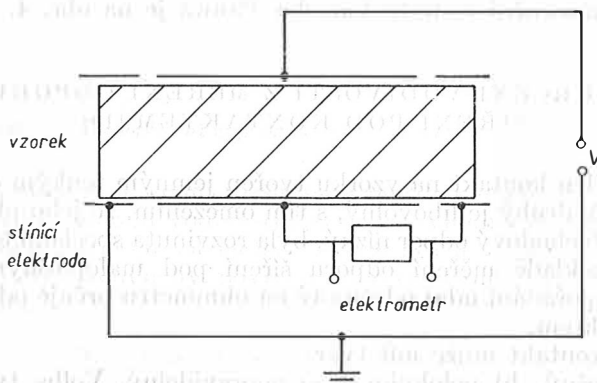
Je nutné si uvědomit, že takto vypočítaná vodivost se vztahuje pouze ke krychli materiálu o objemu d^3 . Proto můžeme touto metodou dobře testovat homogenitu vzorku a nebo vodivost povrchové vrstvy.

Největší obtíží metody je zjištění skutečné plochy kontaktu především proto, že tlaky na špičce bývají tak veliké, že dochází k plastické deformaci. Běžné jsou fotomikrografické metody, ale ani ty nejsou vždy spolehlivé. Použití větší plochy kontaktu také nepřináší uspokojivé řešení, protože není zaručen dotyk s povrchem po celé ploše kontaktu. Tato metoda má rovněž všechny nevýhody přímé metody měření [2], [3], ke skutečné hodnotě R se přičítá přechodový odpor.

4.1. Použití elektrometru pro měření vodivosti

Pojem elektrometr má v současné době odlišný význam, než udává klasická definice, tj. přístroj k měření napětí, jehož pohyblivé části jsou řízeny elektrostatickými silami. Nyní je tento pojem vyhrazen pro všechny přístroje k měření malých proudů nebo napětí v obvodech s vysokou impedancí (nad $10^9 \Omega$). Jsou také používány k bezproudovému měření úbytku potenciálu. Existuje velké množství komerčně vyráběných elektrometrů. Při výběru vhodného typu je vždy nutné pamatovat na možné hodnoty odporů mezi vzorkem a kontaktem. Mezi nejznámější firmy vyrábějící elektromotory patří: Keithly, Hewlett-Packard, Vibron, Statron. Tato metoda je spojena s řadou problémů, které lze shrnout do 3 bodů:

- a) odstínění rušivého elektromagnetického vlnění,
- b) potlačení hladiny šumu,
- c) potlačení povrchových efektů, jako jsou svody nebo nestabilita povrchu v závislosti na vlhkosti apod.



Obr. 5. Uspořádání elektrod pro minimalizaci povrchových svodů.

ad a) Nejlepším řešením ochrany před radiofrekvenčními poli a parazitním 50 Hz polem je uzavření zařízení do stínicího boxu nebo celé stíněné místnosti. Jinak je možné tyto vlivy minimalizovat bedlivým zapojením a řešením celého obvodu a uzavřením vodičů a vzorku do stínících kabelů.

ad b) Potlačení hladiny šumu fluktuacemi na kontaktech a tělese vzorku je limitujícím faktorem měření vysokých odporů. Hladina šumu tvoří většinou hranici, za kterou již nemohou být úspěšně prováděna další měření. Neexistuje obecné pravidlo pro přípravu bezšumových kontaktů, a je proto nutné studovat zvlášť každý materiál. Můžeme říci, že kontakty spojené se vzorkem sléváním nebo difúzí jsou z tohoto hlediska nejvýhodnější.

ad c) Výsledky měření na izolátorech a polovodičích mohou být snadno ovlivněny atmosférickými vlivy. Tyto chyby lze zjistit těmito způsoby:

1. Měřením závislosti hodnoty vodivosti na měnícím se poměru mezi povrchem a objemem.

2. Je-li hodnota vodivosti ovlivněna mechanickým opracováním povrchu, ovlivní změna povrchových podmínek hodnotu vodivosti (přechod od leptaného k obroušenému povrchu).

3. Pro odstranění povrchových svodů lze použít uspořádání kontaktů, jak je zobrazeno na obr. 5. Obě, jak sběrná, tak stínicí elektroda, jsou téměř na stejném potenciálu. Pokles potenciálu mezi nimi je dán štěrbinou mezi těmito elektrodami a nebo jiným odporem pro měření proudu. Tímto způsobem lze nejen vyhodnotit povrchovou vodivost, nebo vodivost tenkých povrchových vrstev (za předpokladu, že jsou tenké ve srovnání se šíří stínicí elektrody), ale i redukovat povrchové svody na minimum.

5. MĚŘENÍ STŘÍDAVÝM PROUDEM

Uvedené sondové metody lze použít i pro měření se zdrojem střídavého napětí o nízkém kmitočtu. Jako zdroje bývá použit generátor kmitočtů mezi 10—10 000 Hz a je spojen s rezonančním úzkopásmovým zesilovačem a fázovým detektorem. Je vhodné volit kmitočet rozdílný od kmitočtu sítě a jeho harmonických. Hroty sond bývají stejnosměrně polarizovány, aby odpor kontaktů byl co nejnižší. Směr proudu volíme tak, aby pracovní bod ležel v oblasti přímé části propustného směru kontaktů. Amplituda střídavého signálu musí být malá, aby nedocházelo k nelineárnímu zkreslení. Používají se různé tvary střídavých signálů, např. obdélníkové. Jinou modifikací je synchronní přepínání napájecího proudu a napětí na sondách. Lze výhodně použít stejnosměrných přístrojů jako indikátorů, neboť po dvojím přepnutí je výstupní veličina stejnosměrná. Tato metoda odstraňuje chyby vzniklé Seebeckovým a Peltierovým jevem, takže je vhodná pro měření na materiálech se silným termoelektrickým jevem.

6. MŮSTKOVÉ METODY [13]—[16]

6.1. Metody se stejnosměrným zdrojem proudu

Použití můstkových metod má mnohem více omezení. Sondové metody jsou bez výjimky používány především pro vysoce přesná absolutní měření. Můstkové metody jsou vhodné pro měření změn odporu bez vyjmutí vzorku z obvodu. Absolutní měření jsou uskutečnitelná jen v případě studia materiálů bez přechodových odporů. Rozbor možností a použitelnosti těchto metod je v literatuře (oddíl 1:3—1.7). Uvedeme pouze stručný popis metod.

6.1.1. Wheatstoneův můstek

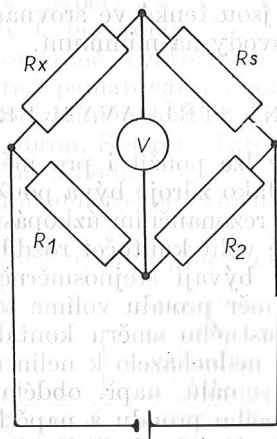
Je to nejznámější metoda používaná pro porovnání neznámého odporu s daným etalonem. Na obrázku 6 je znázorněno stejnosměrné zapojení tohoto můstku, přičemž jeho modifikace pro měření s nízkofrekvenčním zdrojem proudu nepotřebuje jiných úprav, než je nahrazení baterií střídavým generátorem a galvanometru osciloskopem pro detekci rovnovážných podmínek.

Jestliže detektor ukazuje nulový proud mezi rameny můstku, je hledaný odpor dán vztahem

$$R_x = R_s(R_1/R_2). \quad (9)$$

Jako detektoru rovnováhy je vhodné používat galvanometru s odpovídajícím vstupním odporem k ostatním impedancím v obvodu. Vhodnější jsou přístroje s vysokou napětovou citlivostí než proudovou. Je-li použit nevhodný indikátor, podmínky rovnováhy se nemění, ztrácí se pouze citlivost.

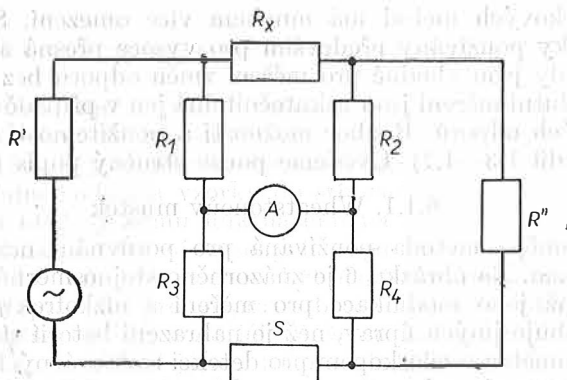
Nevýhodou metody je, že měří společně s vlastním odporem i kontaktní přechodové odpory. Nehodí se proto k měření kovových vzorků s velmi nízkým odporem. Na materiálech bez přechodových odporů lze snadno provádět měření s přesností na 0,1 % v intervalu mezi 10—10 000 Ω .



Obr. 6. Základní obvod Wheatstoneova můstku.

6.1.2. Kelvinův můstek

Zapojení Kelvinova můstku lze považovat za dvojitý můstek, obr. 7. R_x je měřený odpor, S standardní odpor, R_1 a R_2 udávají tzv. vnější poměr větví můstku, R_3 a R_4 vnitřní poměr. Při rovnováze a jestliže platí, že $R_1/R_2 = R_3/R_4$, je hledaný odpor dán výrazem

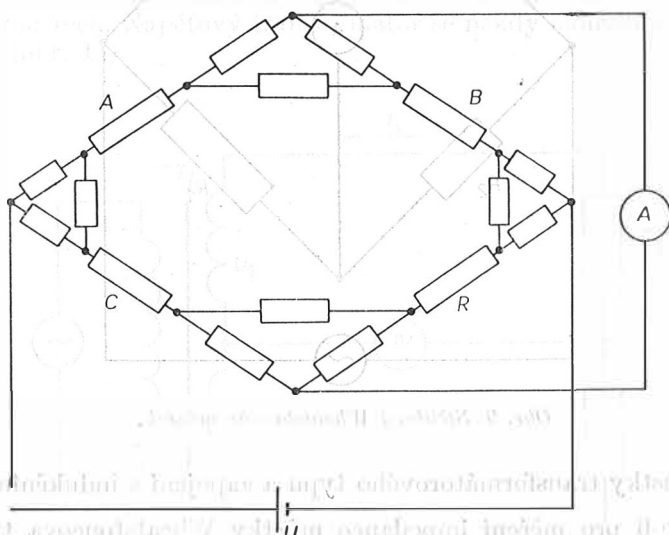


Obr. 7. Základní obvod Kelvinova můstku.

$$R_x = SR_1/R_2. \quad (10)$$

K dosažení rovnovážných podmínek je třeba řada aproximativně nastavených rovnováh, odděleně pro vnější a vnitřní větve můstku a s vnějším a vnitřním napětovým vedením. Celková rovnováha nastává, když jednotlivá nastavení

rovnováhy nepůsobí změnu. Zapojení má podobnou funkci jako potenciálové sondy. Hlavní proudové přívody nejsou v prvním přiblížení zahrnuty do podmínek rovnováhy. Můstku se používá pro měření velmi nízkých odporů od $0,01 \Omega$ a níže. Metoda byla dále modifikována, aby byl zcela vyloučen vliv přechodových odporů. Jednou z modifikací je mnohonásobný Warshawského můstek (obr. 8). Do každého styčného bodu mezi dvěma prvky obvodu je



Obr. 8. Základní obvod Warshawského můstku.

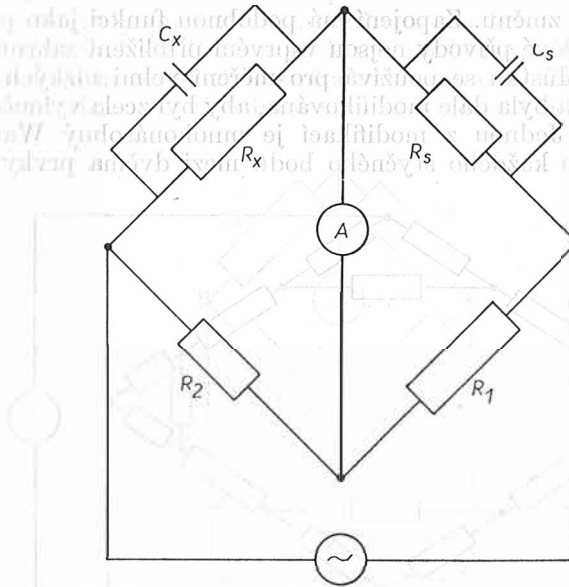
přidaná pomocná síť odporů. Uspořádání tohoto typu je velmi užitečné pro přesná měření na několika vzorcích, které musí být periodicky proměřovány.

Kelvinova můstku lze použít i pro měření vysokých odporů. Wheatstoneova můstku bylo použito k měření na vzorcích s odpory řádu 10^{15} – $10^{17} \Omega$.

6.2. Metody se střídavým zdrojem proudu [17–19]

Střídavé metody odstraňují některé nedostatky stejnosměrných metod. Pomocí střídavého proudu lze eliminovat chyby měření, které vznikají např. polarizačními efekty iontových vodičů a elektrolytů, bariérami ve vnitřní struktuře, kontaktními odpory. Typické zapojení střídavého můstku Wheatstoneova typu je na obr. 9. Tyto můstky vyžadují dvojí vyvažování. Jedno pro odporovou a druhé pro příslušnou reaktanční složku měřené impedance. Pro dielektrika má reaktance kapacitní charakter a při měření kovových vzorků induktivní. Předpokládáme-li, že je možno vzorek nahradit paralelní kombinací odporu R_x a kapacity C_x , pak hodnoty obdržené při vyvažování, tj. odpor R_s a kapacita C_s , udávají přímo hodnoty příslušných složek měřené impedance.

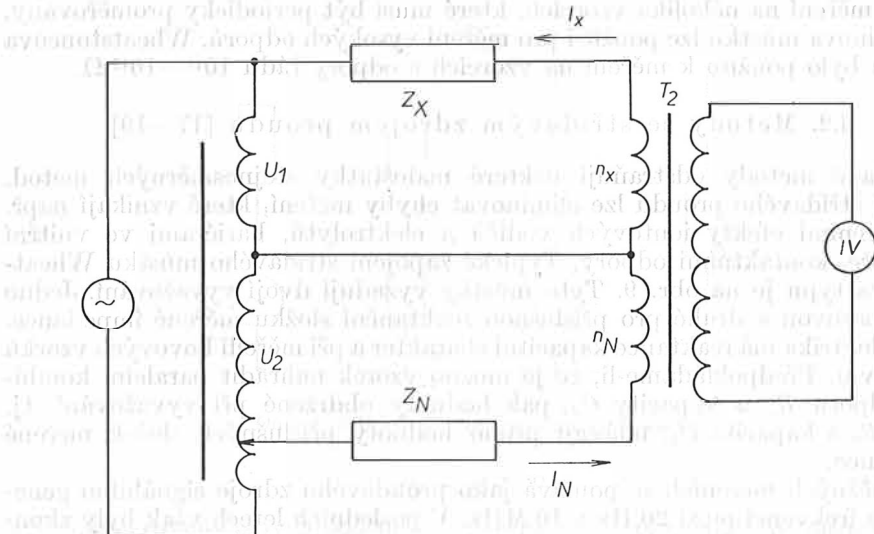
Při běžných měřeních se používá jako proudového zdroje signálního generátoru s frekvencí mezi 20 Hz a 10 MHz. V posledních letech však byly zkonstruovány mosty dovolující použití frekvencí několika tisíc MHz. Jako detektoru rovnováhy bývá používáno osciloskopu.



Obr. 9. Střídavý Wheatstoneův můstek.

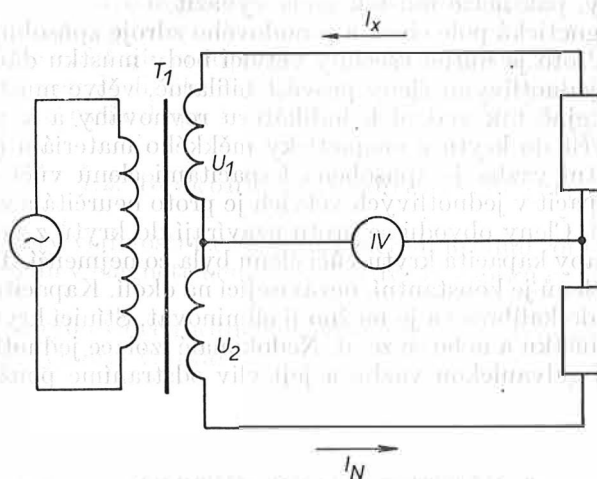
6.2.1. Můstky transformátorového typu a zapojení s indukčními děliči

Používáme-li pro měření impedance můstky Wheatstoneova typu, závisí měření impedance nejméně ještě na třech jiných impedancích, z nichž alespoň jedna je proměnná v širokých mezích. Tím je i určen měřicí rozsah můstku.



Obr. 10. Základní obvod transformátorového můstku.

Pro vyvažování používáme odporových a reaktančních dekád, přičemž nutné přepínače a přívody zavádějí do můstku rušivé impedance, které se jen s obtížemi korigují. Přesná dekáda je choulostivé a zařízení drahé. Na obrázcích 10, 11 jsou nakresleny základní obvody střídavých můstků, které většinou těchto nedostatků nemají. Základní obvod transformátorového můstku je na obr. 10. T_1 je napěťový transformátor s primárním vinutím připojeným na zdroj. Pomocí odboček v sekundárním vinutí lze měnit napětí U_1 , U_2 v přesně známých poměrech. Napěťový transformátor se někdy nahrazuje tzv. indukčními děliči (obr. 11).



Obr. 11. Základní obvod můstku s indukčním děličem.

Indikátor vyvážení můstku stejně jako u ostatních zapojení může být s velkou nebo malou vnitřní impedancí. Poslední případ bývá realizován diferenciálním transformátorem T_2 (obr. 10). Smysl vinutí primárních závitů je takový, aby při nulovém proudu v diagonále můstku byl i nulový tok v transformátoru.

Předpokládáme-li, že transformátory T_1 a T_2 jsou ideální, lze nalézt u obou zapojení jednoduché výrazy pro měřenou impedanci Z_x . Je-li velikost Z_N v transformátorovém můstku taková, že se indikátor vyvážení nevychyluje, pak jsou proudy I_x a I_N stejné a platí

$$I_N = \frac{U_Z}{Z_N}, \quad I_x = \frac{U_1}{Z_x}, \quad (11)$$

n_x a n_N jsou počty závitů v jednotlivých vinutích diferenciálního transformátoru v obvodu můstku s indukčním děličem. Ve vyváženém stavu je v jádru diferenciálního transformátoru nulový magnetický tok a na vinutích není úbytek napětí. Z podmínek nulového magnetického toku plyne nulový součet ampérzávitů.

$$I_N n_N = I_x n_x. \quad (12)$$

Dosažením za I_N a I_x (platí stejné vztahy jako pro (11)) je hledaná impedance dána výrazem

$$Z_x = \frac{U_1}{U_2} \cdot \frac{n_x}{n_N} Z_N. \quad (13)$$

U ideálního transformátoru je poměr napětí roven poměru závitů, takže lze nastavením dvou poměrů závitů měřit ve velmi širokém intervalu impedancí.

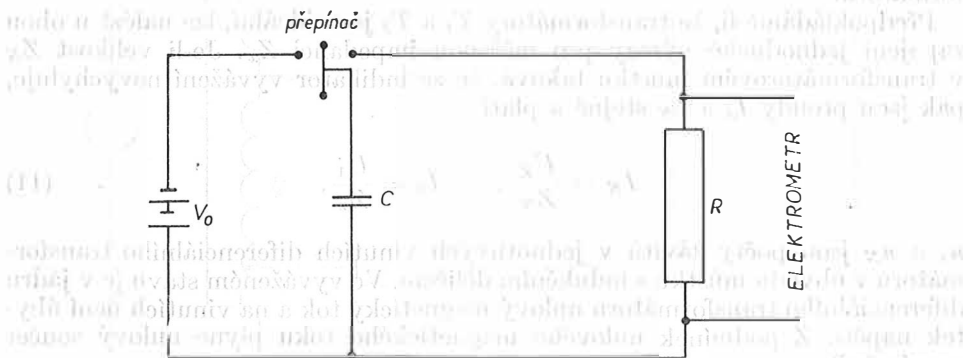
Jako indikátorů rovnováhy se používá telefonního sluchátka vibračních galvanometrů, elektrometrů, osciloskopu apod. Nejvhodnější pro napájení střídavých můstků je čistě sinusový průběh napětí. Obsahuje-li signál vyšší harmonické složky, pak nelze můstek zcela vyvážit.

Rozptylová magnetická pole cívek a proudového zdroje způsobují nežádoucí indukční vazby. Proto je nutné všechny větvící body můstku dát co nejbližší k sobě, spojení s jednotlivými členy provést bifilárně, větve můstku postavit kolmo na sebe, stejně tak vedení k indikátoru rovnováhy a k proudovému zdroji, cívky uzavřít do krytů z magneticky měkkého materiálu (Permalloy). Nežádoucí kapacitní vazba je způsobena kapacitami členů vůči sobě a vůči zemi. Hodnota kapacit v jednotlivých větvích je proto neurčitá a závisí na celkovém uspořádání. Členy obvodu se proto uzavírají do krytů z vodivých materiálů takových, aby kapacita krytu vůči členu byla co nejmenší. Tím se docílí, že velikost a fáze členů je konstantní, nezávislejší na okolí. Kapacita krytu vůči členu je zahrnuta do kalibrace a je možno ji eliminovat. Stínící kryty se spojují s určitými body můstku a nebo se zemí. Nedokonalé izolace jednotlivých členů můstku způsobují galvanickou vazbu a její vliv odstraníme použitím kvalitních izolantů.

7. NĚKTERÉ JINÉ METODY

7.1. Metoda měření odporu vybíjením kondenzátoru

Pro velmi vysoké odpory je vhodnou metodou k určení odporu měření doby vybíjení kondenzátoru přes měřený vzorek. Na elektrometru sledujeme okamžik, kdy poklesne napětí na nulu a nebo sledujeme průběh napětí v čase. Uspo-



Obr. 12. Základní obvod pro měření odporu vybíjením kondenzátoru.

řádání měřicího obvodu je znázorněno na obr. 12. Hodnota kondenzátoru se volí podle velikosti odporu R . Časová konstanta je rovna součinu RC a musí být volena tak, aby vyhovovala parametrům detekčních přístrojů. Jestliže kapacita C a odpor R jsou časově neměnné, počáteční napětí V_0 za čas t poklesne na hodnotu

$$V = V_0 \exp(-t/RC). \quad (14)$$

Podmínkou platnosti tohoto vztahu je nezávislost odporu R na přiloženém napětí. Zda je tomu tak zjistíme porovnáním naměřené křivky s teoretickou exponenciální závislostí (14). Odchyłky jsou většinou způsobeny polarizací nebo pastmi, které uvolňují vázaný náboj ještě v době, kdy je kondenzátor úplně vybit.

Uvážíme-li, že s klesajícím odporem se zvyšuje rychlost vybití kondenzátoru, je použití této metody limitováno především parametry detekčního přístroje. S velmi rychlými osciloskopy lze touto metodou měřit i odpor kovů.

7.2. Bezkontaktní měření [20], [21]

Přesné hodnoty vodivosti lze získat i z měření útlumu rotace tělesa ze zkoumaného materiálu v magnetickém poli. Používá se vzorků ve tvaru koule a nebo válce.

Energii W pohybu válce rotujícího s úhlovou rychlostí ω a s momentem setrvačnosti J lze vyjádřit ve tvaru

$$W = \frac{\pi}{4} \rho l r_0^4 \omega^2, \quad (15)$$

r_0 je poloměr válce a l je jeho délka, ρ je hustota materiálu. Mechanický výkon, tj. změna energie s časem, je dán výrazem

$$P = -\frac{\pi}{2} \rho l r_0^4 \omega \frac{d\omega}{dt}. \quad (16)$$

Elektrický moment v magnetickém poli o indukci B je roven

$$P_{el} = \frac{\pi}{4} g \omega^2 B^2 r_0^4 l. \quad (17)$$

V rovnováze jsou si oba momenty rovny, tj. $P + P_{el} = 0$ a dosazením odvodíme vztah pro hledanou vodivost

$$\sigma = 2\rho B^{-2} \frac{d\omega}{dt} \omega^{-1}. \quad (18)$$

Jestliže je moment závěsu vzorku J_0 nezanedbatelný, pak je výsledný vztah modifikován

$$\sigma = 2\rho \left(\frac{J + J_0}{J} \right) \cdot \frac{1}{B^2} \frac{d\omega}{dt} \omega^{-1}. \quad (19)$$

Aby tření vzorku bylo co nejmenší, bývá zavěšen ve vakuu. Pro výpočet vodivosti je nutno znát přesně hustotu, magnetické pole a změnu rychlosti $d\omega/dt$. Pole přesně změříme protonovou rezonancí, otáčky a jejich změnu lze měřit

dekadickým reduktorem s normálním oscilátorem. Při přesném určení hustoty lze dosáhnout přesnosti měření až 10^{-2} %. Metoda je vhodná pro kovy i izolátory.

7.3. Pulsní metody [22]—[24]

Jsou to v podstatě modifikované stejnosměrné metody. Měřicí postup spočívá v přikládání krátkých vysokonapěťových pulsů ke vzorku a detekci poklesu proudu a nebo potenciálu mezi dvěma sondami pomocí rychlého osciloskopu nebo podobného zařízení.

Používá se velmi krátkých pulsů a jsou opakovány pouze několikrát za sekundu. Proudová hustota může být proto velmi vysoká bez nebezpečí poškození a přehřátí vzorku. Proto je tato technika vhodná pro měření na kovech, polovodičích, izolátorech. Ovšem každý materiál vyžaduje individuální volbu délky pulsů a rychlost opakování, aby se předešlo popsáním nežádoucím vlivům.

7.4. Vysokofrekvenční metody

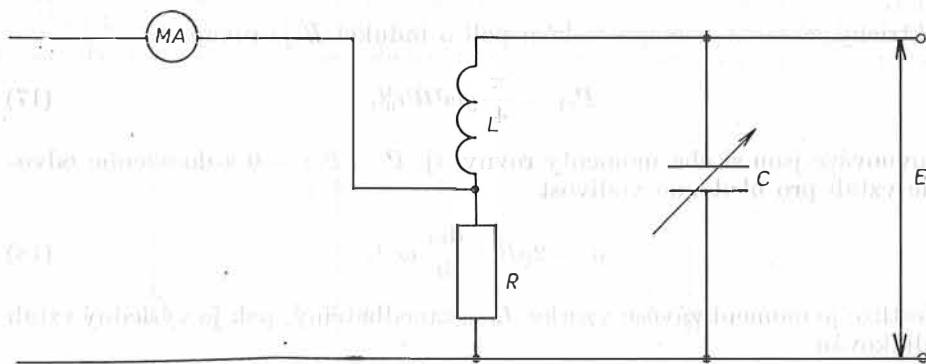
Kromě střídavých můstkových metod byly vyvinuty některé další, při kterých je používáno vysokých frekvencí. Jsou vhodné k měření tenkých vrstev a pro povrchové studie.

7.5. 'Q-metry

Pod tento společný název zahrneme všechny metody využívající rezonančních jevů. Tzv. činitel jakosti obvodu — Q , je definován vztahem

$$Q = \omega L/R,$$

kde R je odpor materiálu, L je indukčnost, ω je frekvence. Vzorek je součástí rezonančního obvodu a je považován podle své povahy za kapacitu nebo in-



Obr. 13. Zjednodušený obvod pro typický Q-metr.

dukčnost. Zjednodušený obvod je na obr. 13. Q-metry měří hodnotu rozšíření rezonanční křivky způsobené ztrátami na vzorku. Činitel jakosti obvodu je v tomto případě určován z poměru výstupního a vstupního napětí. Je proká-

záno, že čím větší je hodnota Q , tím nižší je hodnota měřeného odporu. Výrobou Q -metrů se zabývá řada firem a dobré přístroje jsou dostupné i na domácím trhu.

7.6. Tepelné metody založené na dielektrických ztrátách [25]

Vložíme-li vodivé médium do vysokofrekvenčního pole, způsobí disipativní ztráty ohřev materiálu. Detekce vzrůstu teploty materiálu představuje další možnost vyhodnocení vodivosti materiálu. Metoda není absolutní, je nutné si kalibrační vytvořit stupnici. Ke kalibraci lze použít podobného materiálu, jako je zkoumaný se známou vodivostí. Jestliže studujeme práškové vzorky a máme k dispozici objemový materiál s dobře známými vlastnostmi, můžeme jeho drcením získat vhodný kalibrační prostředek za předpokladu, že tím nezměníme jeho fyzikální vlastnosti. Použitím řady vzorků může být přístroj kalibrován pro velmi širokou oblast vodivostí.

7.7. Metoda mikrovlnné absorpce [2], [26], [27]

Vzorky jsou obvykle umístěny ve vlnovodu, kde tvoří zátoku zabraňující dalšímu šíření vln. Měří se transmisní koeficient vlnovodu, který je přímou funkcí vodivosti vzorků. S touto metodou lze úspěšně měřit vodivost zvláště práškových vzorků a tenkých filmů.

Literatura

- [1] American Society for Testing Materials, *Standards B 193-57 and B 63-49* Philadelphia, Pennsylvania 1949.
- [2] Dutta A. K.: *Phys. Rev.* **90**, 187 (1953).
- [3] Bridgman P. W.: *Mech. Eng.* **75**, 111 (1953).
- [4] Breutanov J. C. M., Goldberk C.: *Phys. Rev.* **94**, 56 (1954).
- [5] Gerritsen A. N.: *Handbuch der Physik-Encyclopedia of Physics* (S. Flügge, ed) vol. 19 str. 137. Springer, Berlin 1956.
- [6] Domenicali A. C., Otter F. Y.: *J. Appl. Phys.* **26**, 377 (1955).
- [7] Kuczynsky G. C., Stablein P. F.: *Rec. Sci. Instr.* **25**, 1223 (1954).
- [8] Valdes L. B.: *Proc. I.R.E.* **42**, 420 (1954).
- [9] Sunde E. D.: *Earth Conduction Effect in Transmission Systems*. Van Nostrand, New York 1949.
- [10] Frank H.: *Měřicí metody polovodičů*, ČVUT, Praha 1967.
- [11] Becker W. M., Lark-Horovitz K.: *Proc. Natl. Electronics Conf.*, **8**, 506 (1952).
- [12] Dunlap W. C., Jr.: *An Introduction to Semiconductors*, str. 180. Wiley, New York 1957.
- [13] Cooper H. G., Koehler J. S., Marx J. W.: *Phys. Rev.* **94**, 713 (1952).
- [14] Rosenblum R. M., Novikova E. K.: *Zavodskaya Lab.* **16**, 1135 (1950).
- [15] Bartenev G. M., Demitshev G. K.: *Zavodskaya Lab.* **16**, 807 (1950).
- [16] Hornbeck J. A., Haynes J. R.: *Phys. Rev.* **97**, 311 (1955).
- [17] Henkels H. W.: *J. Appl. Phys.* **22**, 916, 1265 (1951).
- [18] Brondy R., Levinstein H.: *Phys. Rev.* **94**, 285 (1954).
- [19] Humprey J. N., Lummis F. L., Scanoln W. W.: *Phys. Rev.* **90** (1953).
- [20] Delaney J. A., Pippard A. B.: *Rep. Prog. Phys.* **35**, 677 (1972).
- [21] Ramathan K. G., Dhillon J. S.: *Nature* **175**, 948 (1955).
- [22] Bondarenko V. V., Kvartskhava I. F., Polyotto A. A., Chernov A. A.: *Zhur. Eksptl. i Teoret. Fiz.* **28**, 191 (1955).
- [23] Chiotti P.: *Rev. Sci. Instr.* **25**, 876 (1954).
- [24] Broom T., Clothier W. K.: *Australian J. Sci. Research, Ser. A* **5**, 119 (1952).
- [25] Kurtchatow I. W., Kostina T. Z., Rusinov L. I.: *Physik Z. Sowjetunion* **7**, 129 (1935).