

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКОВ

А.А.Молнар

Институт Физики и Химии Твердого Тела,
Ужгородский государственный университет, 294000, Ужгород, ул.Волошина, 54

Рассмотрены существующие методы определения диэлектрических свойств материалов. Показаны их недостатки при исследовании образцов с большими потерями и сильной нелинейностью. Предложен метод измерения диэлектрических свойств сегнетоэлектриков-полупроводников, и на его основе описана измерительно-вычислительная система для комплексного исследования электрофизических свойств данных материалов. Установка разработана с использованием стандартных и оригинальных приборов в стандарте КАМАК

Большинство методов применяемых в настоящее время для исследования диэлектрических свойств сегнетоэлектриков, заимствовано из области измерений линейных диэлектриков. Специфика данных материалов привела как к усовершенствованию известных, так и к разработке принципиально новых методов [1]. Однако решение этой задачи еще далеко от своего завершения. Последнее объясняется тем, что процесс поляризации сегнетоэлектрика во внешнем поле отличается большой сложностью и зависит от многих факторов, в том числе и от режима, в котором ведется само измерение. В результате, даже при элементарном анализе диэлектрических свойств сегнетоэлектриков, и в особенности сегнетоэлектриков-полупроводников, следует учитывать, что величина поляризации существенно, и при этом не линейно, зависит от напряженности поля (E), что она может резко измениться в зависимости от температуры (T), и обычно является сильно выраженной функцией времени (t) в очень широком диапазоне длительностей воздействия внешнего поля. Зависимость диэлектрической проницаемости от этих факторов условно можно записать в виде $\epsilon^* = \epsilon^*(E, T, t)$. В данном случае оговорены только параметры самого измерительного поля. Кроме того, для данных материалов существенную роль играет предыстория образца (степень неравновесности доменной структуры, зависящей от скорости изменения температуры; условия "отжига" перед проведением измерений; время выдержки образца в той или иной температурной области; воздействие освещения на любом из этапов про-

ведения исследований; влияние поверхностных эффектов и т.п.). Поэтому измерение емкости и потерь сегнетоэлектрического конденсатора на стандартных установках в определенном режиме (например, на мосте переменного тока при частоте 1кГц и напряжении на образце 10В), дают некоторые эффективные значения этих величин. Необходимо при этом помнить, и всегда оговаривать, что определенные таким образом ϵ^* и $\text{tg} \delta$ не имеют того простого физического смысла, что для линейного диэлектрика. Они характеризуют свойства объекта именно в данном режиме измерения. Например, значительные потери в сегнетоэлектриках-полупроводниках при ФП и сильно выраженная нелинейность уже в полях 100В/м (а при толщине образца 1мм такая напряженность реализуется уже при измерительном поле всего 1В), приводят к разогреву образца в переменном электрическом поле. Это вызывает установление некоторого стационарного градиента температуры, и мнимое смещение положения температурных эффектов, например T_0 . Проводя измерения на том же образце, но на установках другого типа или в других режимах, как правило, могут быть получены другие значения ϵ^* и $\text{tg} \delta$. Проблема зависимости результата измерения ϵ^* от используемого метода для сегнетоэлектриков очень наглядно рассмотрена в работе [2].

В настоящее время предложен целый ряд методик для решения данной проблемы, однако все они не лишены некоторых недостатков. Так, метод фурье-спектрологии требует сложной математической обработки сигнала, не обеспечивает

высокой точности (~5...10%) и как показано в работе [3], для материалов даже с очень малой нелинейностью, результаты полученные данным методом часто не совпадают с результатами измерений, полученных при непрерывном измерительном сигнале. Мостовой метод также неприменим в широкой полосе частот (особенно в области инфранизких частот $f \ll 10\text{Гц}$), и в нем действительная ϵ' и мнимая ϵ'' части комплексной диэлектрической проницаемости ϵ^* не всегда разделяются, что требует дополнительной математической обработки сигналов. Наиболее подходящим для исследования сегнетоэлектриков в широком интервале частот f , значений диэлектрической проницаемости (которая меняется в 1000 раз на ФП) и тангенса угла диэлектрических потерь, а также позволяющий в широком интервале варьировать величину измерительного поля, является метод амперметра-вольтметра или двух фазочувствительных вольтметров [4,5].

Для исследования диэлектрических свойств сегнетоэлектриков-полупроводников была разработана экспериментальная установка, в основе работы которой заложен метод, напоминающий метод амперметра-вольтметра, сохраняющий все его преимущества, однако более простой в реализации, т.к. в нем нет необходимости в применении широкополосных фазочувствительных вольтметров (или синхронных детекторов), которые практически не выпускаются отечественной промышленностью. Рассмотрим физические основы данной методики.

Образец или эталон вместе с опорным резистором Z_0 образуют делитель напряжения, представленный на рис. 1.

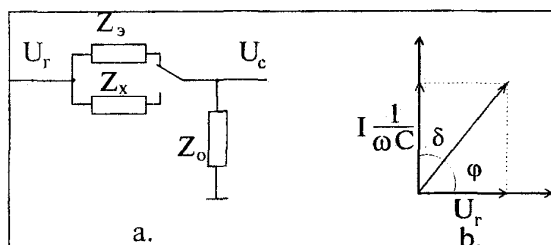


Рис.1. Принципиальная схема измерительного преобразователя - (а) и векторная диаграмма напряжений - (б).

Считая, что в качестве эталона используется конденсатор с малыми потерями, введем определения:

$$k_x = \frac{Z_x}{Z_0}; \quad k_3 = \frac{Z_3}{Z_0};$$

$$Z_x = \frac{1}{\omega C_x \sqrt{tg^2 \delta_x + 1}}; \quad Z_3 = \frac{1}{\omega C_3},$$

откуда находим

$$C_x = \frac{k_3}{k_x} \cdot C_3 \cdot \cos \delta_x.$$

Здесь k_3 -коэффициент передачи делителя напряжения при подключенном эталоне, k_x -коэффициент передачи при подключенном образце, C_x -емкость образца, C_3 -емкость эталона, ω -частота измерительного поля, δ_x -угол диэлектрических потерь. Легко показать, что

$$\delta_x = \arcsin \frac{\sin \varphi_x}{k_x} - \arcsin \frac{\sin \varphi_3}{k_3} - (\varphi_x - \varphi_3),$$

где

$$k_3 = \sqrt{\left(\frac{U_2}{U_{c3}}\right)^2 - 2 \frac{U_2}{U_{c3}} \cos \varphi_3 + 1};$$

$$k_x = \sqrt{\left(\frac{U_2}{U_{cx}}\right)^2 - 2 \frac{U_2}{U_{cx}} \cos \varphi_x + 1}$$

Таким образом, зная величину напряжения генератора на входе измерительного преобразователя U_2 , напряжение на выходе делителя при подключенном образце U_{cx} и эталоне U_{c3} , фазовый сдвиг между напряжением на выходе генератора и делителя напряжения φ_x, φ_3 , емкость эталонного конденсатора C_3 можно рассчитать величину емкости образца C_x и угол диэлектрических потерь δ_x .

На основе вышеизложенного была разработана измерительно-вычислительная система в стандарте КАМАК, с использованием интерфейса КОП, и состоящая из следующих основных узлов: микро ЭВМ ДВК-3М, кейт КАМАК, кейт-контроллер МКК011, генератор Г6-36, вольтметр В7-40/5, цифровой запоминающий осциллограф С9-8, измеритель разности фаз Ф2-34, контроллер интерфейса КОП в стандарте КАМАК МПИ, выносной усилитель с

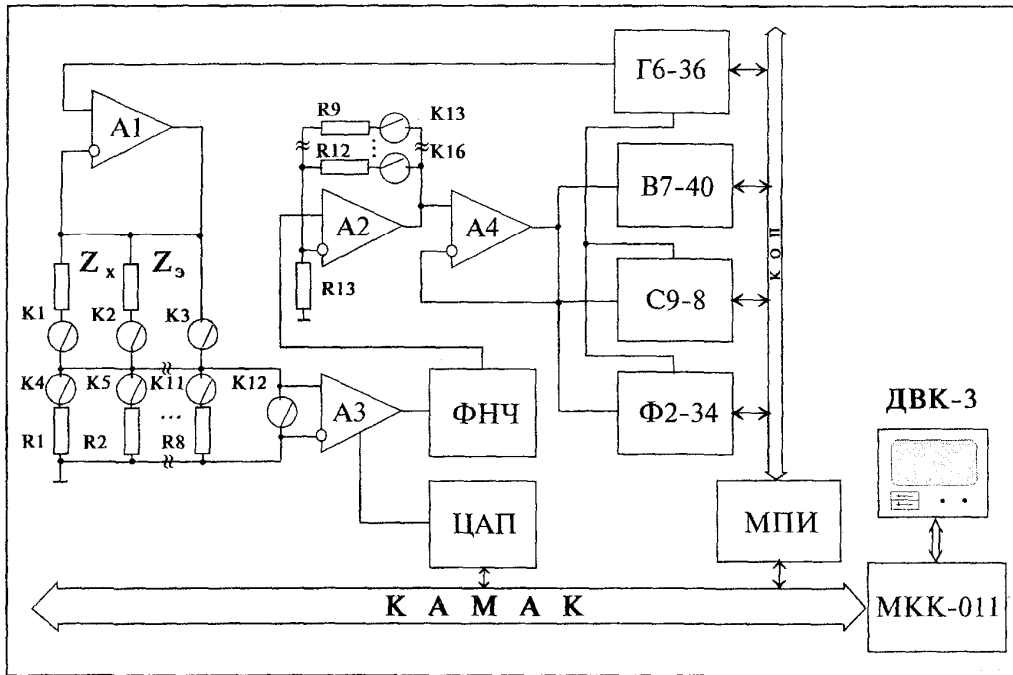


Рис. 2. Блок-схема измерительно-вычислительной системы для исследования электрофизических свойств сегнетоэлектриков-полупроводников.

коммутационными цепями, усилитель с переменным коэффициентом усиления. Последних два узла оригинальной конструкции. Структурная схема системы изображена на рис. 2.

На образец, размещенный в криостате (который предназначен для поддержания и изменения температуры) через повторитель напряжения А1 подается измерительный сигнал с генератора Г6-36, амплитуда и частота которого определяется ЭВМ. Повторитель размещен в непосредственной близости от измерительной ячейки, и служит для согласования по сопротивлению выходного каскада генератора Г6-36 и измерительной цепи. Он позволяет рассматривать генератор как источник сигнала с нулевым выходным сопротивлением. Сигнал, прошедший через делитель напряжения, образованный образцом (или эталоном) и одним из восьми опорных резисторов, подается на измерительный усилитель А3 с большим входным сопротивлением, малыми шумами, входным током и входной емкостью. Сам усилитель вместе с опорными резисторами и коммутационными цепями выполнен в виде выносного блока, размещенном непосредственно на криостате. Этим обеспечивается малая паразитная емкость входных цепей, а также их высокая

помехозащищенность. Последняя особенность важна при малых измерительных полях [6]. Усиленный в 2 раза сигнал с предварительного усилителя подается на перестраиваемый от ЭВМ фильтр низких или высоких частот для отсеивания высокочастотных шумов, при измерении на низких частотах, и низкочастотных шумов и развязки по постоянному току, в случае измерения на высоких частотах. На входе перестраиваемого фильтра размещен сумматор, на который кроме полезного сигнала подается постоянное напряжение с выхода управляемого от ЭВМ цифро-аналогового преобразователя для компенсации напряжения смещения усилителя при работе в режиме усиления по постоянному току. После перестраиваемого фильтра сигнал поступает на усилитель, коэффициент передачи которого изменяется программно под управлением компьютера в пределах $1 \div 1000$ в зависимости от величины измерительного поля на образце. Его выходной каскад выполнен по схеме повторителя напряжения, обеспечивающего согласование выходного сопротивления усилителя с входным сопротивлением измерительных приборов, включенных на его выход. Это уменьшает также влияние измерительных приборов друг на друга, т.к. они работают

практически от общего источника с "нулевым" входным сопротивлением. Вольтметр В7-40/5 измеряет величину сигнала, а измеритель разности фаз Ф2-34 фазовый сдвиг между сигналом с выхода усилителя и опорным сигналом, непосредственно с Г6-36. В случае работы в области инфранизких частот обе функции выполняются цифровым запоминающим осциллографом С9-8. Информация с вольтметра и осциллографа через магистраль КОП и интерфейс МПИ (выполненный в стандарте КАМАК) поступает для дальнейшей обработки в ЭВМ ДВК-3М. Результаты с измерителя разности фаз Ф2-34 в кодс 8-4-2-1 поступают через интерфейс оригинальной конструкции на магистраль КАМАК, и оттуда через крейт контроллер МКК011 в компьютер.

Рассмотрим работу системы в режиме измерений. После ввода оператором диапазона частот и амплитуд измерительного сигнала, система переходит в режим самокалибровки. Замыкается контакт К12, коэффициент усиления устанавливается максимальным и измеряется напряжение смещения всего тракта. Если оно больше 100мкВ, осуществляется постепенная ее компенсация напряжением, подаваемом с ЦАП. После размыкания контакта К12 и замыкания К3 установка переводится в режим определения коэффициентов усиления модулей А2 и А3, для чего генератор Г6-36 программируется на выдачу синусоидального сигнала частотой 1кГц и амплитудой 10мВ, который через повторитель напряжения подается непосредственно на вход измерительной системы. Зная величину входного напряжения, замыкая поочередно ключи К13-К16 и измеряя сигнал на выходе усилителя производится определение коэффициентов усиления. Процедура самокалибровки повторяется периодически, один раз в каждые 20 минут, этим компенсируя временной и температурный дрейф напряжения смещения и коэффициента усиления.

После самокалибровки установка переводится в режим измерения ε^* , один цикл которого происходит следующим образом:

1. Установка требуемой частоты и амплитуды измерительного поля.

2. Из введенного ориентировочного значения емкости образца по критерию $R_{оп} \ll 1/\omega C_x$ выбирается один из опорных резисторов ключами К4-К11. Хотя величина $R_{оп}$ в расчетные формулы и не входит, она должна удовлетворять данному условию, т.к. иначе значительная часть $U_{изм}$ будет падать не на образце, а на опорном резисторе.
3. После замыкания К3 измеряется напряжение с генератора U_0 и фазовый сдвиг φ_0 . В идеальном случае $\varphi_0=0$, однако за счет конечной полосы пропускания усилителя $\varphi_0 < 0$ и зависит от частоты
4. Замыкается ключ К1 и измеряется напряжение U_x . Если оно не удовлетворяет соотношению $(U_x \cdot 16) \leq U_0$, то происходит уменьшение $R_{оп}$. Данное условие определено экспериментально по "сшиванию" на краях диапазона, определяемое величиной $R_{оп}$. При достижении вышеупомянутого требования проверяется величина U_x по условию $U_x > 50\text{мВ}$, что необходимо для нормальной работы измерителя разности фаз Ф2-34 [7]. Если данный критерий не выполняется, то увеличивается коэффициент усиления K_y усилителя А2, и цикл повторяется, в конце чего получаем U_x и φ_x . Зная фазовый сдвиг тракта усиления φ_0 , находим $\varphi_x = \varphi_x + |\varphi_0|$.
5. Выбрав ключом К2 эталон, сохраняя значение $R_{оп}$ и K_y измеряется U_0 и φ_0 . Как и в пункте 4 находится реальное значение фазового сдвига $\varphi_0 = \varphi_0 + |\varphi_0|$.
6. По вышеприведенным формулам рассчитывается C_x и $\text{tg} \delta$. Зная геометрические размеры образца по формуле плоского конденсатора находится $\varepsilon' = \frac{Ch}{\varepsilon_0 S}$; $\varepsilon'' = \text{tg} \delta \cdot \varepsilon'$, где C -емкость измерительного конденсатора, h -толщина, а S -площадь образца, $\text{tg} \delta$ -тангенс угла диэлектрических потерь, ε_0 -диэлектрическая постоянная. На этом один рабочий цикл измерения ε^* заканчивается.

В процессе измерений все величины определяются как минимум 5 раз (точное число повторений задается экспериментатором в зависимости от требуемой точ-

ности) для устранения выбросов и уменьшения погрешностей. Для этого вычисляется среднее значение измеряемой величины, и каждая экспериментальная точка сравнивается с полученным средним значением. Если $[(A_i \cdot 0.2) + A_i] > \bar{A}$, то A_i считается выбросом, и заменяется на среднее значение, после чего данная процедура повторяется. Аналогичным образом при резком изменении измеряемой величины или коэффициента усиления происходит проверка, вышел ли искомый параметр на установившееся значение, что позволяет избавиться от ошибок, обусловленных конечным временем установления компонентов системы.

Описанный алгоритм является ядром программы измерений, в который также входят и другие подпрограммы и процедуры, а именно: пользовательский интерфейс; процедуры исследования частотных, амплитудных, временных и температурных зависимостей ϵ^* по отдельности или в любой их комбинации; подпрограммы вывода результатов на печать и экран; подпрограмма измерения и стабилизации температуры; процедуры оперативного ручного управления экспериментом осуществляемые в режиме прерывания без остановки и перезапуска основного хода измерений.

Программное обеспечение написано полностью на языке среднего уровня QUASIC, имеющий расширение для управления аппаратурой в стандарте КАМАК, и позволяющий максимально использовать все аппаратные и программные ресурсы микро ЭВМ ДВК-3М.

Оценивая погрешность описанной измерительной системы можно сделать вывод, что использованная методика позволяет исследовать образцы в широком диапазоне значений емкостей и диэлектрических потерь. Очевидно это связано со следующими особенностями: сигнал усиливается и проходит через один и тот же измерительный тракт для всех измеряемых величин (эталон, образец, генератор); нет необходимости в точном задании значения Z_0 (т.к. его величина не входит в рабочие формулы), не говоря уже о том, что оно может иметь паразитную комплексную составляющую; в рабочих формулах нигде не фиксируется эквивалентная схема замещения измеряемого объекта, что позволяет проводить исследования любых комплексных сопротивлений.

В заключение приведем основные параметры измерительно-вычислительной системы:

Таб.1.

| | |
|--|---------------------|
| Диапазон рабочих частот, Гц | $10^{-3} \div 10^5$ |
| Диапазон измерительных Напряжений, В | $0.01 \div 10$ |
| Максимальная величина постоянного смещающего напряжения, В | 200 |
| Время одного измерения, сек | $5 \div 30$ |
| Диапазон измерения емкости, пФ | $10^{-3} \div 10^8$ |
| Порог чувствительности при измерении емкости, пФ | 10^{-4} |
| Максимальная погрешность измерения емкости, % | 0.3 |
| Диапазон измерения $\text{tg} \delta$ | $10^{-4} \div 10$ |
| Порог чувствительности при измерении тангенса угла потерь | 10^{-5} |
| Максимальная погрешность измерения тангенса угла потерь, % | 0.5 |
| Диапазон задаваемых температур, К | 77-400 |
| Скорость изменения температуры, К/мин | 0.004-0.4 |
| Точность стабилизации температуры, К | ± 0.002 |

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. F. Micheron, L. Godefroy *Review Scientific Instruments*, **43**, 10, 1460, (1972).
2. Методика исследования поликристаллических сегнетоэлектриков, том I, Поляризация в переменных полях, Рига, (1970), 147с.
3. S. Takeishi, R. Nozaki, S. Yagikara, S. Mashimo *Review Scientific Instruments*, **54**, 5, 639, (1983).
4. V. B. Boukamp *Solid State Ionics*, **11**, 339, (1984).
5. А. А. Горват, Ю. С. Наконечный, А. А. Молнар, В сборнике: Метрологическое обеспечение производства и контрольно-измерительная техника, Ужгород, 69, (1988).
6. *Low Level Measurements*, Keithley Instruments, Inc., (1992), 108p.
7. Измеритель разности фаз Ф2-34: Техническое описание и инструкция по эксплуатации, 189с.

MEASUREMENT SYSTEM FOR THE FERROELECTRICS ELECTRO-PHYSICAL PARAMETERS INVESTIGATION

A. Molnar

Institute for Solid State Physics and Chemistry, Uzhgorod State University,
294000, Uzhgorod, Voloshina Str. 54

The available dielectric parameter measurement methods were observed. The disadvantages of these techniques were shown for samples with high loss and nonlinearity. The method of measurement for ferroelectrics-semiconductors were proposed, and on it base the computerized measurement system was described. This system are created using standard and unique instruments in CAMAC standard..