



Научная статья
УДК 537.32

ТЕРМОЭФФЕКТЫ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ В АМОРФНЫХ ЛЕНТАХ

А.И. Шилияев^{1,*}

¹Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, Ижевск, Россия

*E-mail: shilyaev@e.mail.udman.ru

Аннотация. Измерение удельного электрического сопротивления аморфных лент четырех-точечным методом является наиболее распространенным способом исследования электрических параметров материалов и сплавов. Измерение электросопротивления позволяет судить об изменениях его структурного и фазового состояния, что является одной из основных задач при исследовании аморфных сплавов. Исследование кинетики кристаллизации характеризуется большим диапазоном температуры от 20 °С до 900 °С меняющейся во время эксперимента. В этой связи необходимо принимать во внимание возникающие в измерительной цепи термо-эффекты, принимающие значительные величины по отношению к исследуемому структурному изменению термо-ЭДС. Для определения удельного электрического сопротивления этих материалов, характерны в том числе проблемы с обеспечением хорошего контакта с исследуемым материалом. Метод четырех-точечного коллинеарного датчика для измерения удельного сопротивления позволяет получить полезный сигнал с исследуемого образца не лишенный термоэффектов, поэтому его применение обычно ограничивают до температур 200 °С. В контактах датчиков зондов используется твердый высокотемпературный металл, такой как вольфрам, платина или серебро, в которых при соприкосновении с исследуемым образцом при изменении температуры до 900 °С наводится термоток связанный с появлением термоэффектов. Термотоки также связаны с наличием материалов имеющих различную электроотрицательность, которая зависит от их природы, как на границе образец – ламель токоподвода, так и в конструкции электрической цепи высокотемпературных токоподводов.

Ключевые слова: электросопротивление; аморфные сплавы; компенсация; термо-ЭДС; термоэффекты; четырехточечный; электродвижущая сила.

Для цитирования: Шилияев А.И. Термоэффекты при определении электросопротивления в аморфных лентах // Вестник науки и образования Северо-Запада России. 2023. Т.9. №4. С. 57–66.

Original article

TERMoeffECT FOR DETERMINATION OF RESISTANCE IN AMORPHOUS TAPES

A.I. Shilyaev^{1,*}

¹Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Izhevsk, Russia

*E-mail: shilyaev@e.mail.udman.ru

Abstract. Measuring the electrical resistivity of amorphous tapes by the four-point method

is the most common way to study the electrical parameters of materials and alloys. The measurement of electrical resistance makes it possible to judge changes in its structural and phase state, which is one of the main tasks in the study of amorphous alloys. The study of crystallization kinetics has a wide temperature range from 20 °C to 900 °C, changing during the experiment. In this regard, it is necessary to take into account the thermal influences occurring in the measuring circuit, taking significant values according to the indications for turning on the structural inclusion of thermo-EMF. To determine a specific level of resistance, these materials are characterized by problems with ensuring good contact with the protection. The four-point collinear sensor method for measuring discrete effects allows one to obtain a harmful signal while observing a sample of not entirely thermal effects, so its use is usually limited to a temperature of 200 °C. The contacts of the probe sensors use a solid high-temperature metal, such as tungsten, platinum or silver, in which, upon contact with the restrictive sample and maintaining a temperature of up to 900 °C, a thermal current is induced, associated with the occurrence of thermal effects. Thermal currents are also associated with the presence of materials exhibiting different electronegativity, which depends on their nature, both at the boundaries of the sample - lamella current leads, and in the designs of electrical circuits of high-temperature current leads.

Key words: *electrical use; amorphous alloys; compensation; thermo-EMF; thermal effects; four -point; electromotive force.*

For citation: Shilyaev A.I. Thermoeffect for determination of resistance in amorphous tapes. *Journal of Science and Education of North-West Russia*. 2023. V.9, No. 4, pp. 57–66.

Введение

Одним из способов изучения структуры и свойств жидкого состояния металлов является принцип подобия. Аморфные металлические ленты, при определенной скорости получения имеют схожую с жидкостями неупорядоченную структуру, являются хорошим примером для их изучения в остывшем твердом состоянии по своим свойствам близкую к неупорядоченной структуре жидкости. Одним из распространенных способов изучения структурных свойств является определение электросопротивления аморфных лент, который наиболее быстро позволяет определить в каком состоянии находилась аморфная лента до нагревания, сделать предварительное заключение о химическом составе аморфизирующих компонентов, области возможного применения и выдерживаемой температуре. Электросопротивление определяют бесконтактными, магнитными способами и более простыми контактными – путем пропускания электрического тока через образец, по двум или четырем проводникам. Четырех контактный способ является наиболее точным, однако не лишен недостатков. Особенности измерения черырех контактным способом, называемым также черырех-точечным, подробно рассмотрены в данной работе, позволяют исключить ошибки измерения электросопротивления, которые не связаны с точностью приборов и инструментов. Предложенные меры позволяют повысить чувствительность измерений, связанных со структурными изменениями электросопротивления аморфных лент приблизительно в 100 раз.

Метод измерения удельного сопротивления четырехточечным коллинеарным датчиком включает контакт четырех точечных проводников, расположенных на одинаковом расстоянии друг от друга, с материалом с неизвестным сопротивлением. Через два внешних проводника проходит известный ток, а на двух внутренних проводниках измеряется напряжение (рис. 1). Однако необходимо учитывать контактное сопротивление образца и зонда, которое также изменяется под действием температуры. Кроме контактного сопротивления, которое в этих случаях бывает очень велико, по сравнению с полезным сигналом, нужно учитывать величину электроотрицательности исследуемого материала образца по отношению к контактным поверхностям зонда. Эта величина зависит от природы материала образца и изменяется в зависимости от температуры. Зависимость

электродвижущей силы E от температуры можно выразить формулой: $E = aT + bT^2 + cT^3$, здесь E – мкВ, T – °С.

Величины a , b и c характеризуют физическую природу металлов, образующих термопару при контакте [1].

Эффект Зеебека. Исследуемые аморфные сплавы в основном на 70% состоят из железа. В таблице 1 приведены значения коэффициентов a , b и c для некоторых материалов по отношению к железу. Если рассматривать только механические контакты ламелей с образцом, то по правилу аддитивности термо-ЭДС участка электрической цепи и при двойном переходе из материала в аналогичный материал и при одинаковой температуре происходит взаимная компенсация. Однако при прохождении током мест спая ламелей с проводниками из вольфрама взаимная компенсация происходит не полностью, вследствие неоднородности точек контактной сварки и неоднородности температурного поля участков электрической цепи.

Таблица 1 – Термоэлектродвижущая сила на границе металл – железо

Ряд металлов	a , мкВ/К	$b \cdot 10^3$, мкВ/К ²	$c \cdot 10^6$, мкВ/К ³
W	-14,568	-25,95	-86
Cu	+13,403	-13,73	-86
Au	+13,281	-13,57	-84
Ag	+13,624	-13,22	-86
Pt	+19,272	+4,44	-86
Ni	+33,79	+8,9	-86

Второй термоэлектрический эффект – Пельтье, наблюдается в контактах токопроводящих проводников изготовленных из двух металлов. Тепловой эффект никогда невозможно получить в чистом виде, он прибавляется к джоулевой теплоте или выделяется из неё. Эта теплота зависит от физической природы соприкасающихся металлов и количества электричества проходящего через них. $Q = \Pi_{AB} \cdot q = \Pi_{AB} i \tau$, где i – ток, τ – длительность его приложения.

Третий, так называемый эффект Томсона, относится не к контактными явлениям, а к отдельному проводнику, между двумя точками которого имеется разность температур ΔT . Если через эти проводники проходит электрический ток, то при большой разности температур, в зависимости от направления тока, в них будет выделена или поглощена теплота $Q = s i \tau \Delta T$, где s – коэффициент Томсона, зависящий от электроотрицательности материалов.

Термоэффекты образуются также в электрической цепи самих токоподводов, в местах спая токопроводящих ламелей с проводниками, изготовленными из различных материалов (вольфрам и серебро) – рис. 1. Причем чем больше скорость нагрева образца, а соответственно больше разность в температурах на проводниках – тем неоднородность оказывает более значительный вклад в образование термо-ЭДС [1].

Образец исследуемого материала ->
Ламели для подвода проводников ->
Места точечной контактной сварки ->

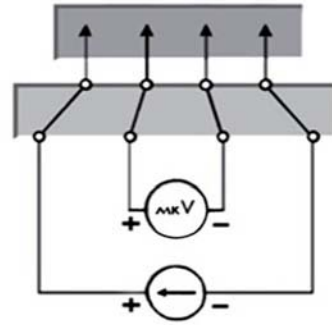
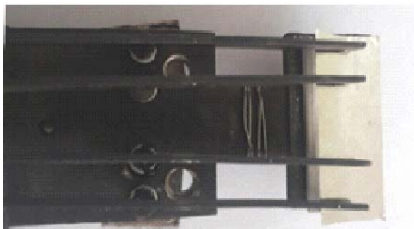


Рисунок 1 – Схема четырех-точечного коллинеарного датчика.

На рис. 2 изображен экспериментальный 4-х точечный зонд. При прогревах ламелей во время экспериментов (до 900 °С) наводится довольно высокая термо-ЭДС порядка нескольких десятков мВ, которая искажает истинное значение сигнала от образца. В сравнении с исследуемым сигналом, который измеряется в мкВ – рис. 3 а, получается значительное искажение формы выходного сигнала с датчика – рис. 3 б, с переходом полярности выходного сигнала в отрицательную часть, особенность свойственная полупроводникам.



а) Рисунок 2 а – Экспериментальный 4-х точечный зонд.



б) Рисунок 2 б – термопара находится внизу зонда.

В замкнутом электрическом контуре с различными температурами проводников возникает все три вида термоэффектов одновременно. Минимизировать термоэффекты удалось применением в качестве токоподвода металла по своей природе схожим в исследуемым образцом. Вольфрамовый проводник был заменен на нержавеющий железоникелевый сплав.

а) график структурного сигнала образца б) напряжение на выходе датчика $U_{вых} = 100x$

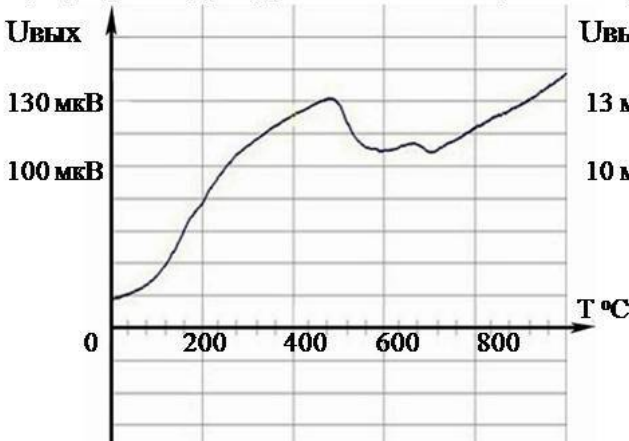


Рисунок 3а – График образца $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ зависимости $U_{вых}$ от температуры

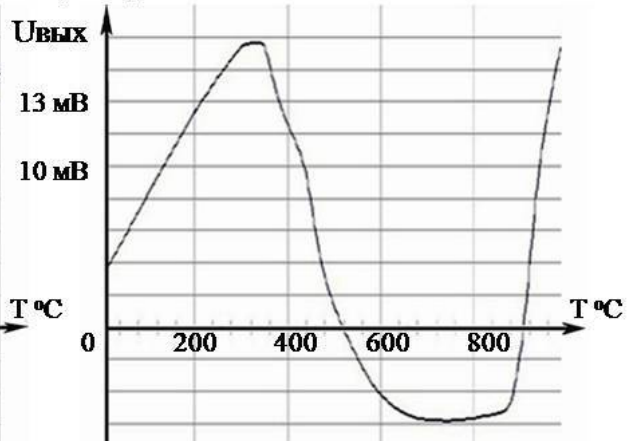


Рисунок 3 б – График образца $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ $U_{вых}$ с термоэффектами на контактах

Однако при сравнении графиков на рисунке 3 а видно, что амплитуда близкого к истинному структурному сигналу с аморфной ленты $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$, значительно ниже амплитуды измеряемого сигнала на рисунке 3 б, в составе которой присутствуют термоэффекты, связанные с различной природой токоподводов и измеряемого образца, т.е. различной электроотрицательностью материалов. Масштаб отличается в 100 раз.

Обычно в практике подобных измерений применяются методы чередующейся полярности питающего напряжения датчика. По этой методике принимают среднее значение сигналов с переполюсованных контактов, которое показывает достаточно близкое значение к исследуемому сигналу, но не лишено искажений от термоэффектов преобладающих сигнал.

При встречном включении по направлению тока в цепи образца происходит компенсация значительной термо-ЭДС и графики зависимости полезного сигнала получаемого с образца имеют более высокий масштаб усиления, рассмотреть который позволяют два очень чувствительных дифференциальных усилителя, каждый с питанием от отдельных источников постоянного тока. Сигналы на выходе этих усилителей поступают на устройство аналого-цифрового преобразователя, с амплитудой до 10 В который регистрируются АЦП с частотой 1 Гц, что позволяет видеть быстропротекающие процессы с высокой точностью, эти данные регистрируются на компьютере, который сохраняет каждый из проведенных экспериментов с регистрацией температуры в любой из точек графика, которые показаны на рисунке 3.

Предлагаемая схема подключения измерительных приборов приведена на рис. 4.

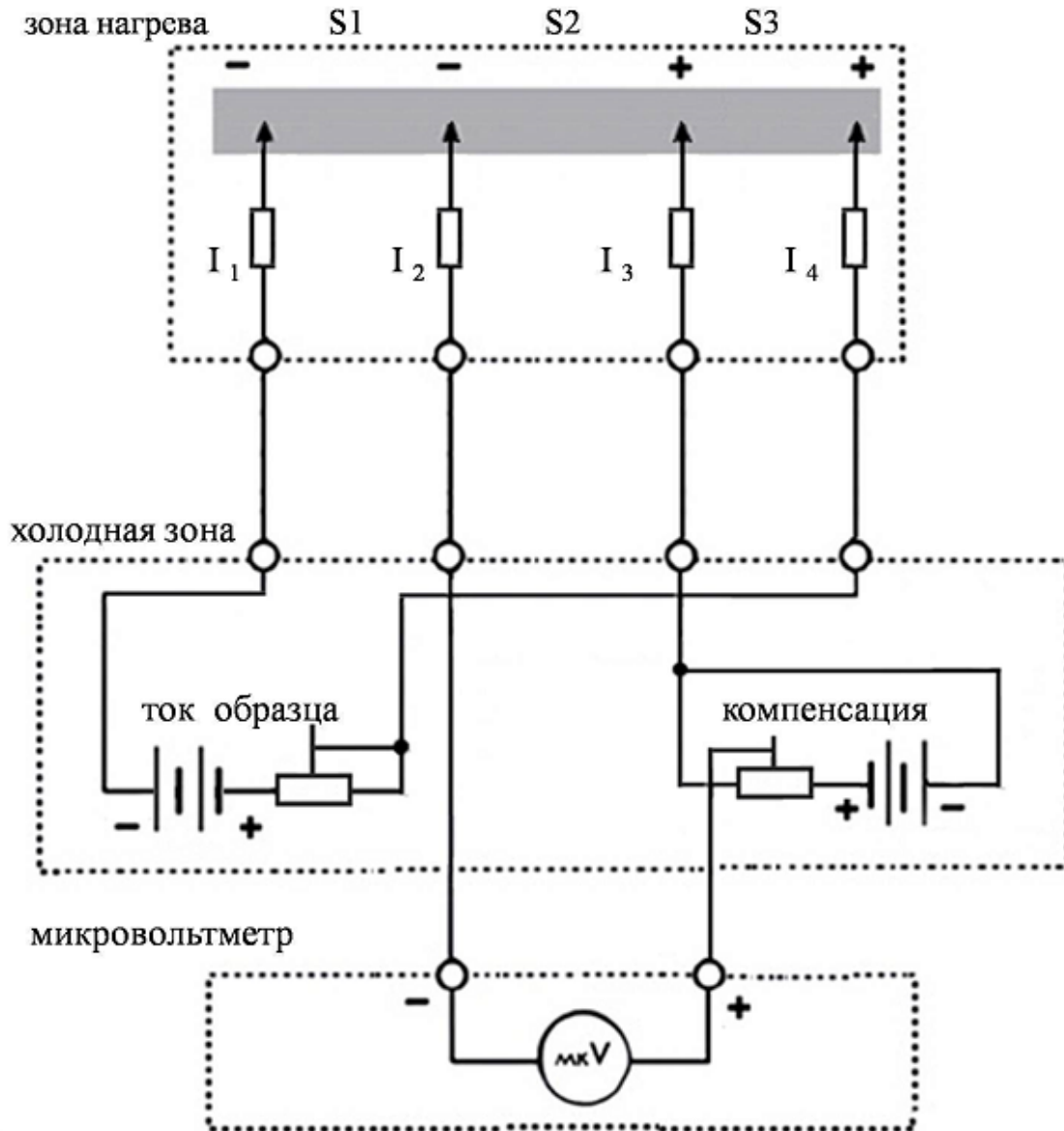


Рисунок 4 – Принципиальная схема компенсации тока образца

Природа и происхождение систематических погрешностей обычно обусловлены спецификой конкретного эксперимента. Поэтому обнаружение и исключение систематических погрешностей во многом зависит от мастерства экспериментатора, от того, насколько глубоко он изучил конкретные условия проведения измерений и особенности применяемых им средств и методов [4].

В данной работе описан случай с использованием источников постоянного тока на основе литиевых аккумуляторов, заряд батарей контролируется контроллером заряда, который выключается на время проведения эксперимента. Таким образом, исключены паразитные токи, возникающие в источниках питания, по этой причине мы не рассматриваем их как источник помех для эксперимента.

При использовании источника питания с преобразованием напряжения от сети переменного тока, приборы не полностью изолированы от земли, поэтому по мере увеличения сопротивления образца становится все более необходимым использование дифференциального усилителя. Проблема возникает из-за того, что образец может иметь более высокое сопротивление (10^3 Ом и выше), которое того же порядка, входное сопротивление усилителя и паразитные токи клеммы "-" на шасси электрометра показывают значительные помехи сигналу.

Вносят помехи также металлизация изоляционных материалов при повторяющихся опытах, при нагревах до температур $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ в вакууме происходит испарение меди, которая создает токопроводящую пленку на поверхности сопротивлением ($10^5\text{ }\Omega$ и ниже), которое того же порядка, что измеряемый сигнал. Поэтому для чередующихся измерений при высоких температурах требуется очистка электроизолированных поверхностей и керамики от налета и металлизации.

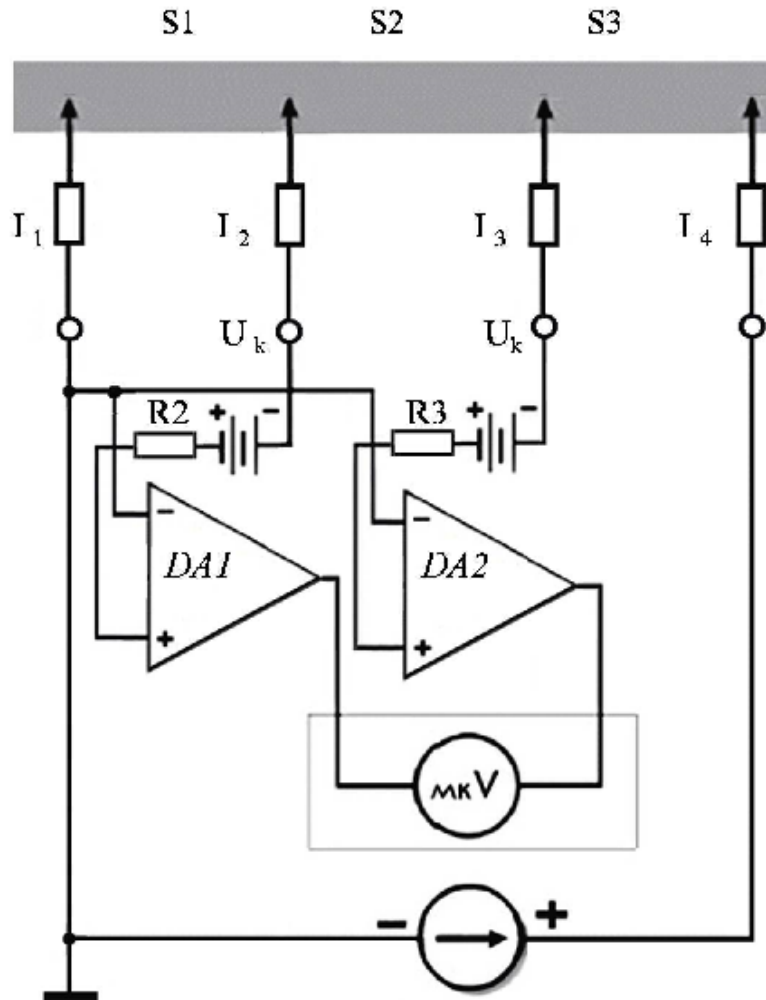


Рисунок 5 – Схема измерения электросопротивления с усилителями

Для полной компенсации тока необходимо выполнить условие прохождения одинакового тока в обоих цепях. Величина тока в каждой цепи $10\text{ }\mu\text{A}$. При последовательном включении в цепь со встречным направлением тока, происходит взаимная компенсация ТЭДС. При отсутствии тока в цепях ТЭДС также не наводится.

Обычно при измерениях удельного сопротивления всегда наблюдается некоторый градиент температуры вдоль образца, который вызывает появление термо-ЭДС на измерительных зондах. Так как величина и направление термо-ЭДС в течение достаточно большого времени остаются постоянными, её влияние можно исключить, измеряя напряжение между зондами 2 и 3 методом чередующейся полярности тока через образец.

Исключение влияния переходных сопротивлений контактов достигается следующим образом. Разность потенциалов между зондами 2 и 3 компенсируется включённым навстречу напряжением компенсатора U_k , и, если цепь сбалансирована, то есть, $U_{2,3}=U_k$, то ток, текущий через нановольтметр, равен нулю. Следовательно, в момент баланса ток через измерительные зонды 2 и 3 тоже равен нулю. Так как ток отсутствует, то нет и падения

напряжения на контакте зонд-образец. В этом случае переходные сопротивления контактов не влияют на точность измерения удельного сопротивления.

Использование двух усилителей напряжения устраняет эту проблему, как показано на рисунке 7. Вольтметр покажет разницу между выходными сигналами буфера двух электрометров, которая равна напряжению на резисторе R2. Значения (R1, R2, R3) представляют собой сопротивление из-за контакта зонда с материалом. Усилители с единичным коэффициентом усиления имеют очень высокий входной импеданс, поэтому через резистор R3 будет протекать небольшой синфазный ток, а значение сопротивления R2 можно легко рассчитать. Усилителями могут быть пара операционных усилителей на полевых транзисторах или два электрометра с единичным усилением на выходе [5].

Как уже говорилось выше, при измерении удельного сопротивления аморфных материалов основным источником ошибок являются переходные сопротивления на контактах ламель - образец, а также возникающая в них термо-ЭДС. Поэтому при определении удельного сопротивления эти явления должны учитываться. Это также может достигаться с помощью компенсационного метода. Принципиальная схема этой компенсации при измерении удельного сопротивления полупроводника четырёх-зондовым методом также изображена на рисунке 4.

Использование двух усилителей напряжения устраняет эту проблему, как показано на рисунке 5. Вольтметр покажет разницу между выходными сигналами двух усилителей или электрометров, которая равна напряжению на резисторе R2. Значения (S1, S2, S3) представляют собой сопротивление контакта зонда с материалом. Усилители с единичным коэффициентом усиления имеют очень высокий входной импеданс, поэтому через резистор R3 будет протекать небольшой синфазный ток, а значение сопротивления R2 можно легко рассчитать. Усилителями могут быть пара операционных усилителей на полевых транзисторах или два электрометра с единичным усилением на выходе [5].

Обычно при измерениях удельного сопротивления всегда наблюдается некоторый градиент температуры вдоль образца, который вызывает появление термо-ЭДС на измерительных зондах. Так как величина и направление термо-ЭДС в течение достаточно большого времени остаются постоянными, её влияние также можно исключить, измеряя напряжение между зондами 2 и 3 методом чередующейся полярности тока через образец.

Исключение влияния переходных сопротивлений контактов достигается следующим образом. Разность потенциалов между зондами 2 и 3 компенсируется включённым навстречу напряжением компенсатора U_k , и, если цепь сбалансирована, то есть, $U_{2,3}=U_k$, то ток, текущий через нановольтметр, равен нулю. Следовательно, в момент баланса ток через измерительные зонды 2 и 3 тоже равен нулю. Так как ток отсутствует, то нет и падения напряжения на контакте зонд-образец. В этом случае переходные сопротивления контактов не влияют на точность измерения удельного сопротивления.

Эти изменения в проведении эксперимента могут показаться простыми, но следует соблюдать дополнительные меры предосторожности. Хорошее экранирование контактов и электрических проводов важно по нескольким причинам: цепь имеет "общий провод" и низкое сопротивление проводников, поэтому она чувствительна к электростатическому разряду. Применение проводников типа "витая пара" более предпочтительно, чем коаксиальный кабель, для исключения влияния электрической емкости кабеля и выравнивания статического заряда.

Заключение

В работе отражено влияние всех трех существующих термоэффектов, применительно для четырех-точечного колениарного датчика, изображенного на рисунках 2а и 2б, в том числе:

1. Показано, что влияние эффекта Зеебека для четырех-точечного колениарного датчика при прохождении током мест сая серебряных ламелей с проводниками из

вольфрама создают термопару, взаимная компенсация токов для спаев которой при встречном прохождении термопары в электрической цепи происходит не полностью, вследствие неоднородности точек контактной сварки и неоднородности температурного поля участков электрической цепи.

2. Показано влияние второго термоэлектрического эффекта – Пельтье, который наблюдается в контактах токопроводящих проводников изготовленных из двух металлов.

3. Показано влияние эффекта Томсона, для сплошного участка измерительной электрической цепи находящейся между неравномерно распределенной температуре нагреваемой части зонда и холодной частью токоподводов.

4. Подробно описана природа и происхождение систематических погрешностей, которые обычно обусловлены спецификой эксперимента по определению электросопротивления в аморфных лентах. Приведены приемы устранения термоэффектов связанных с большим диапазоном используемых температур (до 900 °С), влияние металлизации керамических изоляторов, качества электропитания и типа используемых проводников.

5. Предложенные меры позволяют повысить чувствительность измерений, связанных со структурными изменениями электросопротивления аморфных лент приблизительно в 100 раз (рис. 3).

ЛИТЕРАТУРА

1. Лившиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. Физические свойства металлов и сплавов. Москва: Metallurgy. 1980. 232 с.
2. Глазов В.М., Вебст М., Тимошенко В.И. Методы исследования свойств жидких металлов и полупроводников. Москва: Metallurgy. 1989. 384 с.
3. Павлов Л.П. Методы измерения параметров полупроводниковых материалов: учебное пособие. Москва: Высшая школа 1987. 239 с.
4. Евтихийев Н.Н., Купершмидт Я.А., Папуловский В.Ф., Скугоров В.Н. Измерение электрических и неэлектрических величин. Москва: Энергоатомиздат. 1990. 352 с.
5. Keithley A Tektronix company. Parametric Analyzer Keitley 4200A-SCS Tektronix, Low Level Measurements Handbook - 7 Edition, Precision DC Current, Voltage, and Resistance Measurements. 2013. 244 p. [Electronic resource]. URL: https://download.tek.com/document/LowLevelHandbook_7Ed.pdf (дата обращения 13.11.2023).

REFERENCES

1. Livshits B.G., Kraposhin V.S., Linetskiy YA.L. *Fizicheskiye svoystva metallov i splavov* [Physical properties of metals and alloys]. Moscow: Metallurgy. 1980. 232 p.
2. Glazov V.M., Webst M., Timoshenko V.I. *Metody issledovaniya svoystv zhidkikh metallov i poluprovodnikov*. [Methods for studying the properties of liquid metals and semiconductors]. Moscow: Metallurgy. 1989. 384 p.
3. Pavlov L.P. *Metody izmereniya parametrov poluprovodnikovyykh materialov* [Methods for measuring the parameters of semiconductor materials]: Uch. settlement - 2nd ed. revised and additional Moscow: Vyssh.shk. [Moscow: graduate School]. 1987. 239 p.
4. Evtikhiev N.N., Kupershmidt Ya.A., Papulovskiy V.F., Skugorov V.N. *Izmereniye elektricheskikh i neelektricheskikh velichin* [Measurement of electrical and non-electric quantities]. Moscow: Energoatomizdat, 1990. 352 p.
5. Keithley A Tektronix company. Parametric Analyzer Keitley 4200A-SCS Tektronix, Low Level Measurements Handbook - 7 Edition, Precision DC Current, Voltage, and Resistance Measurements. 2013. 244 p. [Electronic resource]. URL: https://download.tek.com/document/LowLevelHandbook_7Ed.pdf (дата обращения 13.11.2023).



ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Шильяев Андрей Иванович – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН (426068, Удмуртская Республика, г. Ижевск, ул. ул. Барышникова, 53, e-mail: shilyaev@e.mail.udman.ru)

Shilyaev Andrey Ivanovich – Ph.D. (Eng.), Senior Researcher, Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (426066, Udmurt Republic. Izhevsk, st. Barishnikova, 53, e-mail: shilyaev@e.mail.udman.ru)

Статья поступила в редакцию 18.11.2023; одобрена после рецензирования 05.12.2023, принята к публикации 10.12.2023.

The article was submitted 18.11.2023; approved after reviewing 05.12.2023; accepted for publication 10.12.2023.