Dispositif automatique de mesures de résistivité entre 4 et 1 100 K

P. Dordor, E. Marquestaut, C. Salducci, P. Hagenmuller

► To cite this version:

P. Dordor, E. Marquestaut, C. Salducci, P. Hagenmuller. Dispositif automatique de mesures de résistivité entre 4 et 1 100 K. *Revue de Physique Appliquée*, 1985, 20 (11), pp.795-799. 10.1051/rphysap:019850020011079500 . jpa-00245394

HAL Id: jpa-00245394

<https://hal.science/jpa-00245394>

Submitted on 1 Jan 1985

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
07.50

Dispositif automatique de mesures de résistivité entre 4 et 1 100 K

P. Dordor, E. Marquestaut, C. Salducci et P. Hagenmuller

Laboratoire de Chimie du Solide du CNRS, Université de Bordeaux I, 351, cours de la Libération,
33405 Talence Cedex, France

(Reçu le 17 juillet 1984, révisé le 20 juin 1985, accepté le 15 juillet 1985)

Résumé. — La mesure de la conductivité d'un échantillon par application de la loi l'Ohm impose l'injection d'un courant et la mesure de la tension correspondante. Une méthode générale de mesures automatisée de la résistivité est proposée, dans laquelle le courant injecté dans l'échantillon est optimisé en tenant compte de la non-linéarité éventuelle de la caractéristique $I(V)$ du matériau testé et de l'existence de potentiels de contact. Le domaine d'application de ce système automatisé ainsi que la validité de l'algorithme présenté sont testés de 4,2 à 1 100 K pour des échantillons dont la résistivité varie de 10^{-4} à $10^5 \Omega \cdot m$.

Abstract. — Conductivity measurements, using Ohm's law, are obtained by a current injection and the evaluation of the associated voltage. A computer controlled d.c. resistivity equipment is described in which the injected current is optimized taking into account the non-linearity of the I versus V plot and also the parasitic contact potentials. The application of this automatic system and validity of the algorithm have been tested from 4.2 to 1 100 K for various samples with resistivity extending from 10^{-4} to $10^5 \Omega \cdot m$.

La mesure de la conductivité d'un échantillon par application de la loi d'Ohm nécessite l'injection d'un courant dans l'échantillon. Dans le cas d'un dispositif permettant la mesure automatique de la résistance d'échantillons de nature très différente et présentant souvent des caractéristiques $I(V)$ non linéaires, la détermination d'une valeur appropriée du courant injecté doit répondre à des critères précis.

L'absence de norme dans ce domaine et le caractère semi-empirique de certains travaux antérieurs [1] nous ont amené à concevoir un algorithme définissant une valeur optimale du courant injecté en fonction de la non-linéarité de la caractéristique $I(V)$ de l'ensemble matériau + contacts, de la valeur de la résistance de l'échantillon et de la précision des dispositifs de mesures utilisés.

Dans le dispositif de mesures que nous avons conçu et mis au point, la mesure de la résistivité est effectuée suivant la méthode dite « des quatre pointes en ligne » [2-4]. Celle-ci permet de s'affranchir partiellement des effets des zones de charges d'espace qui existent au voisinage des pointes de courant. La pente de la caractéristique $I(V)$ relevée avec cette méthode n'est théoriquement pas influencée par la résistance des contacts injectant le courant si ces électrodes ne sont pas trop proches des pointes de mesure de la tension [5, 6].

Les jonctions métal-échantillon, même pour un contact dit ohmique, dans lequel le métal se comporte

comme une source de porteurs, présentent une courbure de bande. Celle-ci donne naissance à des tensions dont l'amplitude peut varier d'un contact à l'autre par suite du manque de reproductibilité électrique et mécanique du contact lui-même [7, 8].

Lorsque les contacts sont identiques il est possible de s'affranchir des potentiels de contacts en inversant la polarité du courant circulant dans l'échantillon.

Dans le cas contraire où la non-linéarité de la résistance du contact varie avec la polarité du courant injecté, il n'y a plus annulation du phénomène. On ne peut alors qu'essayer de minimiser l'erreur résultant des charges d'espace aux voisinages des pointes de tension.

1. Algorithme de mesures.

La tension mesurée résulte de la superposition de deux termes :

- la différence des potentiels de contact
- la tension $\Delta V = R \cdot \Delta I$.

L'expérimentateur se trouve alors confronté au dilemme suivant :

- ou augmenter le courant injecté dans l'échantillon pour minimiser les effets des potentiels de contact par rapport à la tension ΔV ,
- ou diminuer le courant injecté de façon à res-

pecter la définition de la résistance $R = \left(\frac{\Delta V}{\Delta I} \right)_{I \rightarrow 0}$. En effet, la caractéristique $I(V)$ est d'autant plus linéaire que I est faible, mais les erreurs relatives de mesures de tension et de courant peuvent alors devenir non négligeables.

Compte tenu des remarques précédentes nous avons défini l'algorithme suivant :

- plus le courant diminue, plus la caractéristique $I(V)$ est linéaire (Fig. 1),

Fig. 1. — Exemple de caractéristique $I(V)$ non linéaire.

[Example of non linear $I(V)$ characteristic.]

- la tension moyenne associée aux courants $\pm I_1$ est définie par la relation : $\bar{v}^1 = \left| \frac{V_1^1 - V_1^2}{2} \right|$. Les tensions V_1^1 et V_1^2 sont représentées à la figure 1,

- pour chaque température on mesure initialement trois couples (I, V) , ce qui définit deux pentes P_1 et P_2 (Fig. 2). Si la variation entre deux pentes successives est supérieure à 20 % on diminue le courant injecté de façon à mesurer une pente P_3 que l'on compare à P_2 et ainsi de suite jusqu'à l'obtention de la précision désirée,

- pour pouvoir négliger les effets des potentiels de contacts il serait souhaitable que les signes du courant et de la tension résultante fussent identiques.

Pour tenir compte des erreurs de mesures de tension il est préférable d'imposer la condition (1) :

$I > 0 \rightarrow v > V_{\min}$; $V_{\min}$ étant un paramètre prédéfini, fonction de la nature de l'échantillon d'une part et de l'exactitude du voltmètre d'autre part (Fig. 3),

- cette condition (1) ne peut être satisfaite que si le courant nécessaire est inférieur à l'intensité maximale délivrée par le générateur. Pour optimiser le courant $I = I^1$, on mesure la tension résiduelle $V_{(I=0)}$. Puis, injectant un courant i_0 , on calcule une valeur

Fig. 2. — Caractéristique $I(V)$ moyennée après correction de la tension de décalage.

[Mean $I(V)$ characteristic after offset voltage correction.]

Fig. 3. — Détermination théorique du courant I_{th} .

[Determination of the theoretical current I_{th} .]

approchée de la pente de la caractéristique $I(V)$. En supposant celle-ci linéaire on recherche la valeur I_{th} du courant qui vérifierait la condition (1). Ce courant, dans la mesure où il est inférieur à $I_{\max}$, est injecté dans l'échantillon,

- si la tension résiduelle est faible devant le produit $R \cdot \Delta I$ et si la condition de linéarité est respectée il est souhaitable d'injecter un courant I_1 d'intensité constante de façon à effectuer les mesures de résistance dans la même portion de la caractéristique $I(V)$.

L'ensemble de ces conditions est représenté dans l'organigramme de la figure 4.

Sur la base de l'algorithme précédent il est possible de relier graphiquement les erreurs intervenant dans la détermination de la valeur d'une résistance à :

- la non-linéarité de la caractéristique $I(V)$;
- la valeur du courant injecté.

Fig. 4. — Organigramme de mesures de la résistivité : K = indice du point de mesure ; $L = 1 \rightarrow I > 0$; $L = 2 \rightarrow I < 0$; P_1 et P_2 représentent les pentes de deux segments adjacents de la caractéristique $I(V)$.

[Resistivity measurement organigram : K = current measurement number, $L = 1 \rightarrow I > 0$; $L = 2 \rightarrow I < 0$; P_1 and P_2 are the slopes of two adjacent segments of the $I(V)$ characteristic.]

A la figure 5 est tracée une caractéristique $I(V)$ théorique présentant des variations discontinues de pente. Les rapports Δp entre les pentes des différents segments et celle de la caractéristique $I(V)$ d'une résistance pure R ($R = 10 \text{ k}\Omega$) prennent successivement les valeurs 1, 1, 1, 1, 3, 1, 6 et 2.

Fig. 5. — Erreur de mesure dans la détermination de la valeur d'une résistance ($R = 10 \text{ k}\Omega$) _{$i=0$} en fonction de la non-linéarité et du courant injecté.

[Evidence of measurement errors in determination of a resistance ($R = 10 \text{ k}\Omega$) _{$i=0$} as a function of the non linearity and the injected current.]

Parmi les valeurs maximales du courant initial injecté ($I = \pm I_1$) celles qui donnent lieu à une détermination de la résistance à 10, 20 ou 30 % permettent de délimiter trois zones de largeur croissante en fonction de la précision de mesure à laquelle elles conduisent (Fig. 5).

Pour simuler une tension résiduelle élevée, la caractéristique représentée à la figure 5 a été translatée de -200 mV . La valeur initiale du courant injecté $I = 20 \mu\text{A}$ (point Q_1) est insuffisante pour respecter la condition :

$$I > 0 \rightarrow V_1 > V_{\min}.$$

La valeur de I_{th} déterminée conformément à la méthode décrite figure 3 est de $30 \mu\text{A}$ (point Q_2) pour une tension minimale arbitraire $V_{\min} = 70 \text{ mV}$. Cependant dans cette zone, la caractéristique $I(V)$ présente une courbure telle qu'il n'est pas possible de mesurer R avec une précision de 10 %. Pour respecter l'algorithme il est alors nécessaire de diminuer le courant injecté dans l'échantillon. Les différentes positions successivement occupées par le point de fonctionnement $Q_i(I, V)$ lors d'une détermination de la résistance R sont représentées figure 6. Du calcul des pentes P_1 et P_2 déterminées entre les points Q_3, Q_4, Q_5 est déduite la valeur de la résistance avec une précision au moins égale à 10 %.

Fig. 6. — Simulation mettant en évidence les différents couples (I, V) intervenant lors de la détermination à 10 % près d'une résistance non linéaire ($R = 10 \text{ k}\Omega$) _{$i=0$} .

[Simulation giving evidence of various (I, V) couples when determining, within a 10 % of error, a non linear resistance ($R = 10 \text{ k}\Omega$) _{$i=0$} .]

2. Dispositif expérimental.

Deux cellules permettent d'effectuer les mesures de résistivité dans les domaines de température 4-300 K et 300-1 100 K.

La première est constituée d'un long tube en acier inoxydable terminé par un support en verre epoxy sur lequel est fixé l'échantillon. Cet ensemble est translaté verticalement, à l'aide d'un chariot mû par un moteur pas à pas, à l'intérieur d'un dewar d'hélium liquide. La distance entre le bain d'hélium liquide et la cellule détermine la température de l'échantillon.

La descente (ou la remontée) en température s'effectue selon un profil imposé par le calculateur et déterminé d'une part en fonction de l'espacement des isothermes, d'autre part en tenant compte de la durée des échanges thermiques entre la cellule et les vapeurs d'hélium. Les mesures de température sont effectuées à l'aide d'une sonde de platine, puis de carbone dans les domaines de température respectifs 300-20 K et 20-4 K. Les courbes des capteurs de température ont été approchées par une méthode d'interpolation cubique [9, 10]. La stabilité thermique de l'échantillon dépasse 0,1 K pendant la durée de la mesure.

Dans la cellule de mesures de la résistivité à haute température, l'échantillon est fixé au bout d'une tige d'alumine. Une gaine de quartz le protège et permet d'effectuer les mesures sous atmosphère contrôlée.

La cellule est introduite dans un four dont la résistance est reliée à un autotransformateur variable. Celui-ci est asservi en position par un moteur pas à pas. La régulation, contrôlée par le calculateur, est de type PI [11]. La montée en température s'effectue linéairement.

Le dispositif de mesure est automatisé à l'aide d'un calculateur Commodore 8032 qui, par l'intermédiaire

du bus IEEE 488, pilote lui-même une centrale de mesures HP 3497 et un générateur de courant ou de tension programmable Adret 103 A.

Le multiplexeur intégré dans la centrale de mesures permet de scruter les différentes voies de mesures de tension et de température.

L'horloge en temps réel du HP 3497 sert de base de temps à l'option compteur de cette même centrale de mesures. Les trains d'impulsions disponibles en sortie du compteur permettent de commander la rotation d'un moteur pas à pas dont le sens de rotation est défini par un bit de la carte de sortie numérique du HP 3497.

Le générateur 103 A possède une résolution de 1 nA en courant, de 1 μ V en tension et une linéarité supérieure à 10^{-5} .

La résistance interne du générateur de courant ($Z_i > 10^9 \Omega$), branchée en parallèle avec l'échantillon, limite la mesure des résistances à des valeurs de l'ordre de 10^7 - $10^8 \Omega$. Il est possible d'élargir le champ d'applications de cette manipulation jusqu'à 10^9 - $10^{10} \Omega$ en appliquant non pas un courant mais une tension aux bornes de l'échantillon. La résistance interne du voltmètre ($R_i \simeq 10^{11} \Omega$) devient alors le facteur limitatif.

Cette méthode de mesures de la résistivité dans laquelle on s'efforce de travailler dans la zone linéaire de la caractéristique $I(V)$ de l'échantillon ainsi que le souci de minimiser les effets des charges d'espace garantissent que la valeur mesurée du rapport V/I est une grandeur qui caractérise réellement les propriétés intrinsèques du matériau étudié.

Bibliographie

- [1] GARRISON, L. H., *Solid State Tech.* **9** (1966) 47.
- [2] VALDES, L. B., *Proc. IRE* **42** (1954) 420.
- [3] PAULNACK, C. L., *Rev. Sci. Instrum.* **35** (1964) 1715.
- [4] LAPLUME, J., *Onde Electrique* **35** (1955) 355.
- [5] WIEDER, H. H., *Laboratory notes on electrical and galvanometric measurements* (Elsevier) 1979.
- [6] RUNYAN, W. R., *Semiconductor measurement and instrumentation* (McGraw Hill) 1975.
- [7] SZE, S. M., *Physics of semiconductor devices* (Wiley-interscience), 1984.
- [8] KAO, K. C. and HWANS, W., *Electrical transport in solid* (Pergamon Press) 1967.
- [9] RALSTON, R., *Mathematical methods for digital computer* (John Wiley) 1967.
- [10] BREVILLE, T. N., *Theory and applications of spin functions* (Academic Press) 1969.
- [11] NAJIM, K. and MURATED, G., *Pratique de la régulation numérique des processus industriels* (Masson), 1983.