文章编号：1000-5773(2008)03-0232-05

金刚石对顶砧中四点探针法精确测量样品电阻率的电极因素*

吴宝嘉[1,2]，韩永昊[1]，崔晓岩[1]，刘才龙[1]，王 月[1]，彭 刚[1]，高春晓[1]

(1. 吉林大学超硬材料国家重点实验室，吉林长春 130012；
2. 延边大学理学院物理系，吉林延吉 133002)

摘要：为了解金刚石对顶砧上电阻率高压原位测量中的电极效应，使用有限元分析方法，对样品中的稳恒电流场进行了模拟计算，发现电极的几何尺寸以及电极与样品电阻率的差别都会对测量误差产生影响。结果发现：电极的尺寸越大，误差越大；电极与样品电阻率数值差越大，误差越大。由此给出了减小电极效应以及减小测量误差的方法。

关键词：高压；四点探针法；电阻率；电极效应

中图分类号：O521.2 **文献标识码**：A

1 引 言

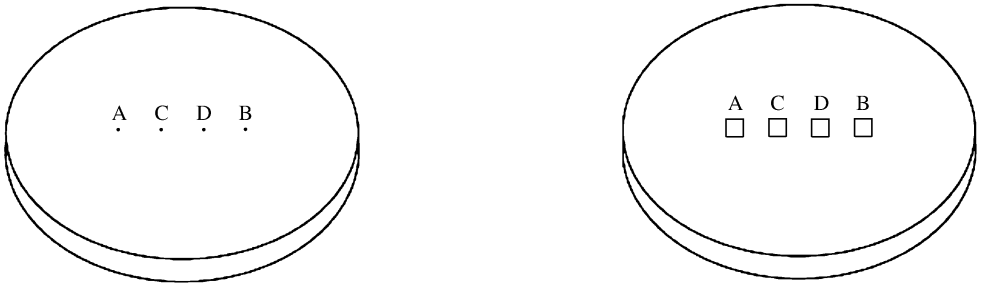
金刚石对顶砧(DAC)是唯一能产生超高静水压(>100 GPa)的装置，通过在 DAC 上开展物质的电学特性研究，可以得到众多与电子(空穴、离子)运动规律相关的物理量，包括电阻率、载流子迁移率、霍尔系数等[1-3]，极大地丰富了现有的高压研究内容，对于高压下物质新现象的发现意义重大[4-7]。在 DAC 上进行电学性质的研究中，四探针法是较早发展起来的样品电阻率测量的典型实验方法[8-9]。实验中对电极材料的选择非常重要，除了考虑其硬度、强度和大小外，电极电阻率的大小也是影响测量结果精确性的重要因素[10-11]，通常认为小电阻率电极会使测量结果更加精确[12-13]，因此为减小测量误差，在测量过程中普遍使用低电阻率的金线、合金钢丝等金属丝线作为测量导线。但由于 DAC 中样品的尺寸极小(直径通常只有几十至几百微米)，在常规条件下，样品尺寸与电极尺寸应满足的几何边界条件在 DAC 中无法实现。这种电极与样品之间几何尺寸的失配会给电阻率的测量与计算带来误差，即产生所谓的电极效应，这将不利于准确分析样品在高压下的物性，甚至产生错误的分析结果。因此，本工作将利用有限元分析(FEA)方法[14-16]，通过模拟四探针法测量电阻率时样品内部稳恒电流场的分布状态，找出产生电极效应的原因，通过科学地选择电极的尺寸和材料，从而达到预防电极效应和提高样品电阻率测量精度的目的。

2 模型建立

四点探针法要求探针与样品接触良好，对于 4 个共线放置的金属探针的大小、间距及几何位置要求严格，理想条件是：样品形状为半无穷大，且探针和样品间的接触为点接触，如图 1(a)所示的点电极模型(L 型)，其中圆柱体代表样品，A、B、C、D 表示可忽略大小的 4 个点电极探针，电流通过探针 A 和探针 B 进行加载；另一种模型为有限尺寸电极，即实验条件下的四点探针法真实电极模型(M 型)，如图 1(b)所

* **收稿日期**：2008-05-06；**修回日期**：2008-07-08
基金项目：国家自然科学基金(10574055)；973 计划资助课题(2005CB724404)
作者简介：吴宝嘉(1973—)，男，博士研究生，讲师，主要从事高压电学研究. E-mail：jbwuyd@yahoo.com.cn
通讯作者：高春晓(1959—)，男，博士，教授，博士生导师，主要从事高压电学、高压磁学、薄膜等研究. E-mail：cxgao599@yahoo.com.cn

示,圆柱体仍然代表样品,A、B、C、D 表示真实的电极探针且与样品实际接触,电流通过探针 A 和探针 B 进行加载。在真实电极模型中,A、B、C、D 4 个探针为通过薄膜沉积、外延生长等技术制作的金属膜电极,这样做主要是考虑到薄膜电极在高压下不会发生明显的几何形变,电极位置相对固定等因素。



(a) The point electrode model L　　(b) The actual-electrode model M

图 1　四点探针法的有限元模型

Fig. 1　The FEA models of the four-point Probe Method

用相对误差表示 DAC 中四点探针法测量样品电阻率的精度,假设样品电阻率的真实值为 ρ_0,四点探针法计算得到的样品电阻率值为 ρ,定义相对误差为$(\rho-\rho_0)/\rho_0$。选取 3 种样品,电阻率值分别为 2 μΩ·cm、1 Ω·cm 和 10 kΩ·cm,假设样品直径为 200 μm,测量电极为 0.3 μm 厚的金属钼膜[9-10],电极和样品的接触面积为 10 μm×10 μm。样品厚度 t 在压力的作用下从 150 μm 到 1 μm 发生变化,取相邻探针间间距 $s_1=s_2=s_3=s$,在两种模型外侧的两个探针 A 和 B 之间加载 50 μA 的稳恒电流 I_{AB},在内侧两个探测探针 D 和 C 之间获得测量电压 V_{DC}。电阻率 ρ 可由四点探针测量电阻率公式获得[8]

$$\rho=\frac{2\pi s}{B_0}\cdot\frac{V}{I} \tag{1}$$

式中:B_0 是修正因子,具体定义如下

当 $t/s<1$ 时,则

$$B_0=1.50646s/t$$

当 $t/s\geqslant 1$ 时,则

$$B_0=1+\frac{0.605}{(t/s)^{1.9}}$$

式中:t 代表样品厚度,s 代表相邻两电极的间距。

3　分析讨论

3.1　探针大小和样品厚度影响测量精确性

图 2 是电阻率相对误差与样品厚度的关系图,它反映四点探针法的测量精度随样品厚度的变化关系。由图可知,真实电极模型(M 型)的相对误差大于点电极模型(L 型)的相对误差,说明电极与样品的接触面积越大,测量误差就越大。在加压的过程中,当样品厚度由厚变薄时,点电极模型(L 型)的相对测量误差始终很小(<2%),这时的测量结果具有较好

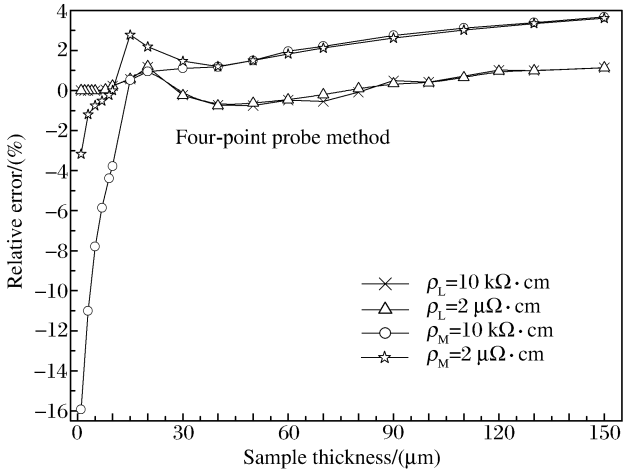


图 2　两组样品分别在 L 型、M 型上的电阻率相对误差与样品厚度关系图

Fig. 2　The thickness dependence of the relative error of sample resistivity respectively in Model M and Model L (The resistivity of electrodes in model M is 5.7 μΩ·cm)

的精度;对于真实电极模型(M 型)而言,样品厚度 t 大于十分之一样品直径时,相对测量误差保持在4%的范围内,仍可提供较好的测量精准度。但当样品很薄时,相对测量误差会随着样品厚度的变薄而迅速增大,样品厚度 t 为 1 μm 时,相对测量误差增大到 16%。同时,在真实电极模型(M 型)中,低电阻率样品的相对测量误差小于高电阻率的误差,说明在实际测量中,四点探针法更适合测量低电阻率样品。

3.2 电极电阻率影响测量精确性

图 3 为 3 种不同电阻率样品的相对误差随样品厚度变化的曲线图,3 种样品的电阻率分别为 2 μΩ·cm、1 Ω·cm 和 10 kΩ·cm,电极电阻率为 5.7 μΩ·cm。图 4 仍为这 3 种样品的电阻率相对误差随厚度变化的曲线图,但电极电阻率为 1 Ω·cm。对比图 3、图 4 可以发现,样品厚度在 10 μm 以下时,当增加电极电阻率到 1 Ω·cm,除原有的 2 μΩ·cm 样品仍具有较高的测量精度外,电阻率为 1 Ω·cm样品的测量精度也被明显提高。这说明在测量样品的电阻率时,可以选用电阻率与样品电阻率相当,或略大于样品电阻率的材料制作探测电极,从而实现较高精度的测量。例如,在测量电阻率较大的样品时,可以使用与样品电阻率相当的掺杂金刚石薄膜电极来减小测量误差。

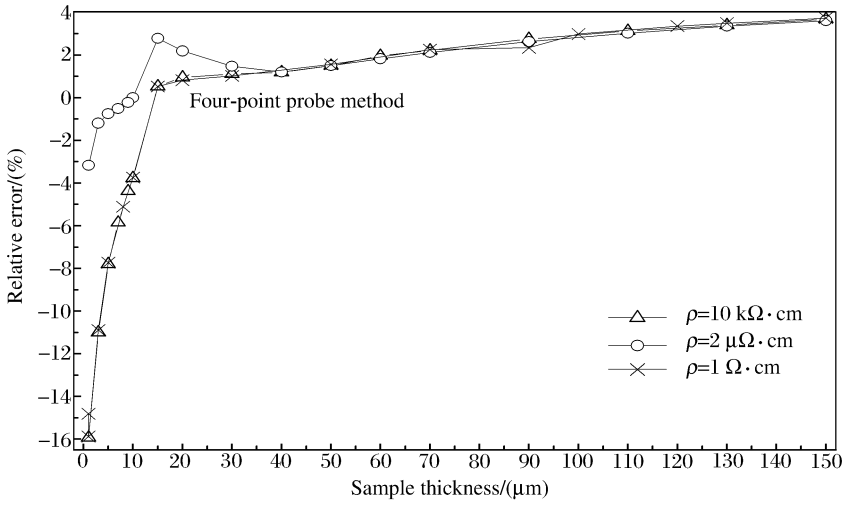


图 3 电极电阻率较低、为 5.7 μΩ·cm 时,样品的电阻率相对误差与其厚度的曲线图

Fig. 3 The thickness dependence of the relative error of sample resistivity in Model M with the electrode resistivity of 5.7 μΩ·cm

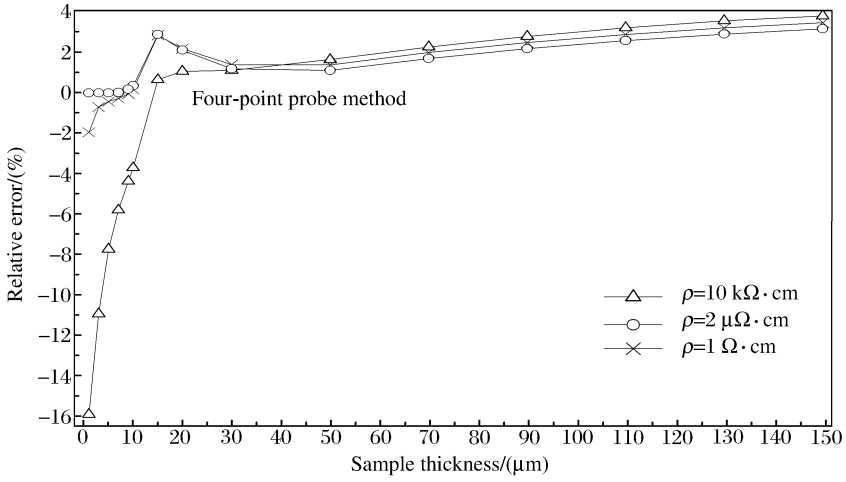


图 4 电极电阻率较高、为 1 Ω·cm 时,样品的电阻率相对误差与其厚度的曲线图

Fig. 4 The thickness dependence of the relative error of sample resistivity in Model M with the electrode resistivity of 1 Ω·cm

3.3　电极效应的产生原因

通常情况下,当样品被压缩时,样品内部的电场分布会随着厚度的变小而逐渐趋于均匀,从而使得测量结果更精确,但实际上却恰恰相反,如图 3 所示,当样品较薄且样品的电阻率高于电极的电阻率时,测量会出现较大的误差,并且样品与电极的电阻率相差越大,误差也越大,其主要原因是由电极效应所致。

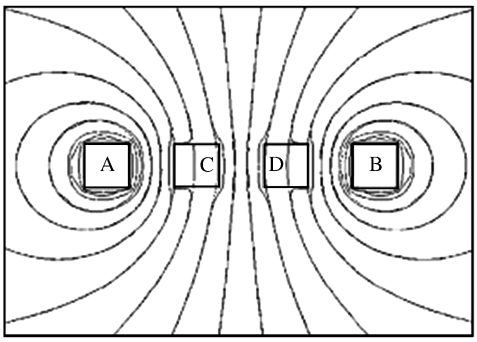


图 5　四点探针法中的平面等势图

Fig. 5　The plot of equipotential plane in four-point probe method

因此,我们用有限元分析方法模拟了等势线在电极附近的分布,如图 5 所示。当样品较薄时,电极的存在使得原本平滑的弧形等势线在电极 C 和电极 D 附近发生了弯曲,偏离了理想的点接触条件,致使电极 C 和电极 D 之间的有效压降减小,从而造成测量误差。

由前面分析已知,电极电阻率的大小也会影响测量的误差。当把 A、B、C、D 换为电阻率更大的电极时,测量精度会提高。说明此时等势线在电极 C 和电极 D 附近的弯曲程度变小,从而更接近理想的点接触条件,因此相对测量误差变小。

由此可知,用四点探针法测量样品电阻率时所产生的测量误差,主要取决于探针的大小和电极与样品的电阻率是否匹配两个因素,因此提高测量精确度可以采用以下两种方法:① 减小电极和样品的接触面积,② 使电极的电阻率接近样品的电阻率。在 DAC 中,目前还很难实现点电极接触,但改变电极的电阻率却很容易实现。

4　结　论

用 FEA 方法分析了 DAC 中样品内部稳恒直流电场的分布,解释了电极效应对测量误差的影响,发现测量误差与电极尺寸和电阻率密切相关。在现有技术无法实现点电极接触的情况下,通过科学地选择电极材料,人为地缩小样品与电极的电阻率差异,可以有效地减小电极效应,从而明显地提高样品电阻率的测量精度。

References:

[1] Gao C X, Han Y H, Ma Y X, et al. Accurate Measurements of High Pressure Resistivity in a Diamond Anvil Cell [J]. Rev Sci Instrum, 2005, 76(8): 083912-083916.

[2] Boye S A, Rosen D, Lazor P, et al. Precise Magnetoresistance and Hall Resistivity Measurements in the Diamond Anvil Cell [J]. Rev Sci Instrum, 2004, 75(11): 5010-5015.

[3] Boye S A, Lazor P, Ahuja R. Magnetoresistance and Hall Effect Measurements of Ni to 6 GPa [J]. J Magne Magnetic Mater, 2005, 294(3): 347-358.

[4] Xu Y S, McCammon C, Poe B T. The Effect of Alumina on the Electrical Conductivity of Silicate Perovsikite [J]. Science, 1998, 282(5390): 922-924.

[5] Ashcroft N W. Putting the Squeeze on Lithium [J]. Nature, 2002, 419(6907): 569-572.

[6] Shimizu K, Ishikawa H, Takao D, et al. Superconductivity in Compressed Lithium at 20 K [J]. Nature, 2002, 419(6907): 597-599.

[7] McMillan P F. New Materials from High-Pressure Experiments [J]. Nat Mater, 2002, 1(1): 19-25.

[8] Valdes L B. Resistivity Measurements on Germanium for Transistors [J]. Proceedings of the IRE, 1954, 42(2): 420-427.

[9] Uhlir A. Micromachining with Virtual Electrodes [J]. Rev Sci Instrum, 1955, 26(1): 965-968.

[10] Mao H K, Bell P M. Electrical Resistivity Measurements of Conductors in the Diamond-Window, High-Pressure Cell [J]. Rev Sci Instrum, 1981, 52(4): 615-616.

[11] Han Y H, Gao C X, Ma Y Z, et al. Integrated Microcircuit on a Diamond Anvil for High Pressure Electrical Resistivity Measurement [J]. Appl Phys Lett, 2005, 86(6): 064104-064106.

[12] Reichlin R L. Measuring the Electrical Resistance of Metals to 40 GPa in the Diamond-Anvil Cell [J]. Rev Sci Instrum, 1983, 54(12): 1674-1677.

[13] Pu F N. Electron Transfer and Electrical Resistance of Nickel under High Pressure up to 42 GPa [J]. Physics Letters A, 1991, 157(2-3): 151-154.

[14] Moss W C, Hallquist J O, Reichlin R, et al. Finite Element Analysis of the Diamond Anvil Cell: Achieving 4.6 Mbar [J]. Appl Phys Lett, 1986, 48(19): 1258-1260.

[15] Merkel S, Hemley R J, Mao H K. Finite-Element Modeling of Diamond Deformation at Multimegabar Pressures [J]. Appl Phys Lett, 1999, 74(5): 656-658.

[16] Kiefer B, Duffy T S. Finite Element Simulations of the Laser-Heated Diamond-Anvil Cell [J]. J Appl Phys, 2005, 97(11): 114902-114910.

The Electrodes Factor of Accurate Resistivity Measurement with Four-Point Probe Method in a Diamond Anvil Cell

WU Bao-Jia[1,2], HAN Yong-Hao[1], CUI Xiao-Yan[1], LIU Cai-Long[1], WANG Yue[1], PENG Gang[1], GAO Chun-Xiao[1]

(1. *National Laboratory of Superhard Materials, Jilin University, Changchun* 130012, *China*;
2. *Department of Physics, College of Science, Yanbian University, Yanji* 133002, *China*)

Abstract: To figure out the effect of electrode resistivity on the *in-situ* resistivity measurement with four-point probe method in a diamond anvil cell(DAC), the authors simulated the distribution of the steady electric field in the sample with finite element analysis(FEA). It reveals that the electrode resistivity smaller than the sample resistivity too much would result in a large measurement error, and therefore indicates that reducing the resistivity difference between the electrode and sample can improve the measurement accuracy.

Key words: high-pressure; four-point probe method; resistivity; electrodes effect