

Stanowisko do pomiaru przewodności elektrycznej próbek stopów metali o małych gabarytach

Streszczenie. W artykule przedstawiono metodę i stanowisko do pomiaru przewodności elektrycznej próbek metali w kształcie prostopadłościanu o nieregularnych wymiarach geometrycznych. Oszacowana niepewność pomiaru przewodności wynosi około 5% ($k=1$).

Abstract. The article presents a method and a measurement system for measuring the electrical conductivity of metal samples in the shape of a cuboid with irregular geometrical dimensions. The estimated uncertainty of the conductivity measurement is approximately 5% ($k=1$). (**System for measuring the electrical conductivity of small-size metal alloy samples**)

Keywords: pomiar przewodności elektrycznej, właściwości materiałów, rezystywność stopów metali, system pomiarowy

Słowa kluczowe: measurement of electrical conductivity, material properties, metal alloy resistivity, measuring system

Wstęp

Przewodność (konduktywność) elektryczna jest istotnym parametrem opisującym właściwości materiałów przewodzących stosowanych w elektronice i elektrotechnice. W przypadku metali posiadających formę cienkich warstw, np. tworzonych w procesie napyłania próżniowego [1] pomiar przewodności realizowany jest zazwyczaj za pomocą metody czterostrzowej o różnej konfiguracji, np. metody van der Pauwa [2, 3] lub rezonatora mikrofalowego [4]. W pierwszej z nich zakłada się, że grubość materiału względem jego długości i szerokości jest pomijalnie mała (próbka jest prawie dwuwymiarowa) i prąd przepływa tylko po jego powierzchni. Niepewność pomiaru przewodności tą metodą zwiększa się ze wzrostem grubości (objętości) takiego materiału. Z tego powodu metoda ta jest rzadko stosowana do pomiaru rezystancji próbek materiałów o większej grubości. Trudność pomiaru przewodności próbek wzrasta w przypadku materiałów o dużej przewodności elektrycznej (np. domieszkowanej miedzi). W takich przypadkach rezystancja styków sond pomiarowych z powierzchnią badanego materiału może być porównywalna lub nawet większa od rezystancji własnej badanej próbki. W takiej sytuacji stosuje się najczęściej metody bezkontaktowe, takie jak metoda pomiaru za pomocą czujnika transformatorowego lub czujnika prądów wirowych [5]. W przypadku tych metod, odwrotnie niż dla pomiarów cienkowarstwowych, niepewność pomiaru przewodności rośnie wraz ze zmniejszaniem się wymiarów geometrycznych próbki.

W artykule opisano stanowisko pomiarowe opracowane w Politechnice Śląskiej, służące do pomiaru przewodności elektrycznej próbek o dużej konduktywności i niewielkich wymiarach geometrycznych, zapewniające relatywnie małą niepewność wyznaczenia tego parametru przy zastosowaniu technicznej metody pomiaru rezystancji.

Metoda pomiaru

Przewodność próbki określa wzór:

$$(1) \quad \sigma = \frac{l}{SR}$$

gdzie: S jest polem jej przekroju poprzecznego, a R jej rezystancją zmierzoną na odcinku o długości l .

Najmniejszą niepewność pomiaru przewodności uzyskuje się dla próbek o regularnym kształcie, dla których długość jest znacznie większa od ich przekroju poprzecznego (wykonanych w kształcie pręta). Z przyczyn

technologicznych uzyskanie próbek o pożądanym kształcie i rozmiarze nie zawsze jest możliwe. Autorzy stanęli przed zadaniem opracowania stanowiska do pomiaru przewodności próbek stopu miedzi o małych gabarytach (przekrój poprzeczny około 2 mm², długość około 7 mm) i nieregularnym kształcie przekroju poprzecznego. Zdjęcie badanych przykładowych próbek przedstawiono na Rys. 1.

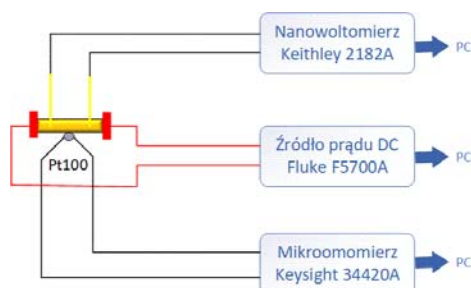


Rys.1. Przykład badanych próbek stopu miedzi

Mała wartość rezystancji próbek wykonanych ze stopu o dużej przewodności elektrycznej wymusza pomiar rezystancji metodą czterostrzową i zwrócenie szczególnej uwagi na minimalizację rezystancji styków pomiędzy próbką a elektrodami pomiarowymi oraz minimalizację wpływu sił termoelektrycznych. Większość dostępnych przyrządów pomiarowych podczas pomiaru rezystancji wykorzystuje prąd testujący o wartości sięgającej 10 mA. Przykładowa niepewność pomiaru rezystancji o bardzo małej wartości za pomocą multimetru Keysight 3458A przy tej wartości prądu testującego wynosi około 60 $\mu\Omega$ [6]. Zmniejszenie niepewności pomiaru możliwe jest poprzez pomiar rezystancji metodą techniczną z prądami testującymi o znacznie większych wartościach, rzędu setek mA lub nawet A. Możliwe jest wtedy uzyskanie niepewności pomiaru poniżej 1 $\mu\Omega$, ale towarzyszy temu wzrost temperatury próbki. Ze względu na rodzaj stopu z którego wykonane były badane próbki, ich maksymalna temperatura w czasie pomiarów nie mogła być wyższa niż 50°C. Dlatego w czasie trwania pomiarów mierzono również temperaturę próbki oraz ograniczono maksymalny prąd testujący do około 1,5 A. Nawet dla prądów testujących o takich wartościach, oczekiwane napięcie na badanej próbce jest rzędu pojedynczych μV .

Opis stanowiska pomiarowego

Schemat zautomatyzowanego stanowiska pomiarowego przedstawiono na Rys. 2. Źródłem prądu testującego był kalibrator Fluke 5700A. Spadek napięcia na próbce mierzono za pomocą nanowoltomierza Keithley 2182A. Temperaturę badanej próbki mierzono termometrem Pt100, co umożliwiło ocenę wpływu samonagrzewania się próbki na jej rezystancję. Przyrządy były sterowane z komputera PC przez interfejs GPIB. Oprogramowanie sterujące i zarazem gromadzące wyniki pomiarów napisano w środowisku Microsoft Excel VBA.



Rys.2. Schemat stanowiska pomiarowego

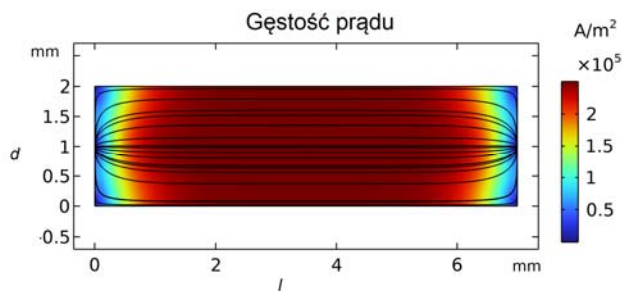
Optymalizacja lokalizacji elektrod pomiarowych

Badana próbka była połączona z systemem pomiarowym za pomocą czterech elektrod. Dwie z nich były elektrodami wymuszającymi prąd, a dwie pozostałe mierzyły spadek napięcia na próbce. W okolicach miejsc styków elektrod prądowych z badaną próbką mogły powstawać zjawiska brzegowe, wpływające na równomierność gęstości prądu i rozkład napięcia w próbce. Wpływ wzajemnego ułożenia elektrod na rozkład napięcia i gęstości prądów został zbadany za pomocą badań symulacyjnych. W opracowanym stanowisku pomiarowym pomiar przewodności opierał się na pomiarze spadku napięcia wzdłuż długości próbki przy założeniu, że przepływ prądu przez jej przekrój był jednorodny. Ponieważ pole przekroju poprzecznego elektrody doprowadzającej prąd do próbki różniło się od pola przekroju poprzecznego badanej próbki, w obszarze ich styku przepływ prądu nie będzie jednorodny, ponieważ gęstość prądu nie może zmieniać się sposób skokowy. W celu oceny wpływu efektów brzegowych na wynik pomiaru rezystancji wykonano symulacje dla następujących przypadków:

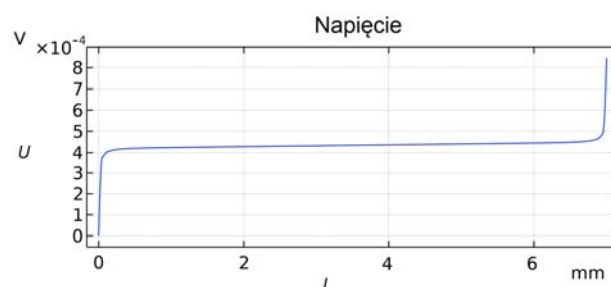
- 1) prąd wymuszany jest na całej powierzchni bocznej próbek przez elektrody wykonane z blachy miedzianej,
- 2) prąd wymuszany jest w próbce za pomocą elektrod punktowych (ostrzowych).

Symulacje zrealizowano za pomocą metody elementów skończonych, przy wykorzystaniu oprogramowania COMSOL Multiphysics [7]. Obliczony rozkład gęstości prądu w przekroju podłużnym próbki przedstawiono na Rys. 3, a rozkład potencjału elektrycznego wzdłuż próbki przedstawiono na Rys. 4.

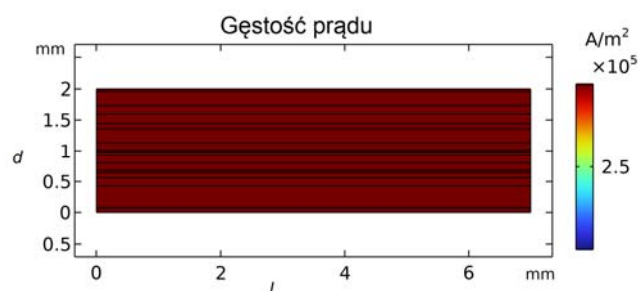
Z charakterystyk przedstawionych na Rys. 3 i 4, wynika, iż prądowe elektrody ostrzowe znacząco zaburzają rozkład gęstości prądu na brzegach próbki. Ze względu na niewielką długość badanych próbek (7 mm) dalsze zbliżenie elektrod napięciowych, może znacząco zwiększyć niepewność pomiaru spadku napięcia na próbce, a w konsekwencji rezystancji próbki. Wpływ zjawisk brzegowych można zredukować przez zastosowanie elektrod płaskich, dopasowanych do powierzchni przeciwległych boków próbek. Dla takiego przypadku na Rys. 5 przedstawiono obliczony rozkład gęstości prądu w przekroju podłużnym próbki, natomiast na Rys. 6 zaprezentowano rozkład potencjału elektrycznego.



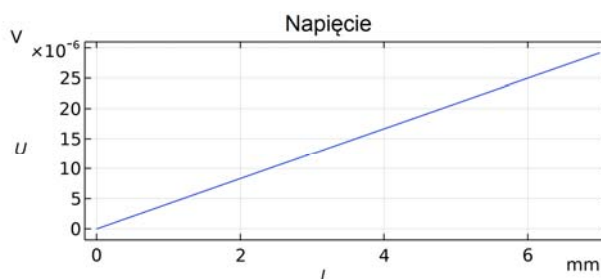
Rys. 3. Rozkład gęstości prądu przy przepływie prądu stałego 1 A, wymuszonego za pomocą elektrod ostrzowych na przeciwległych bokach próbki o szerokości d i długości l



Rys.4. Różnica potencjałów wzdłuż próbki przy przepływie prądu stałego 1 A, wymuszonego za pomocą elektrod ostrzowych na przeciwległych bokach próbki o długości l



Rys. 5. Rozkład gęstości prądu dla wymuszenia prądu 1 A za pomocą elektrod prądowych płaskich umieszczonych na przeciwległych bokach próbki o szerokości d i długości l



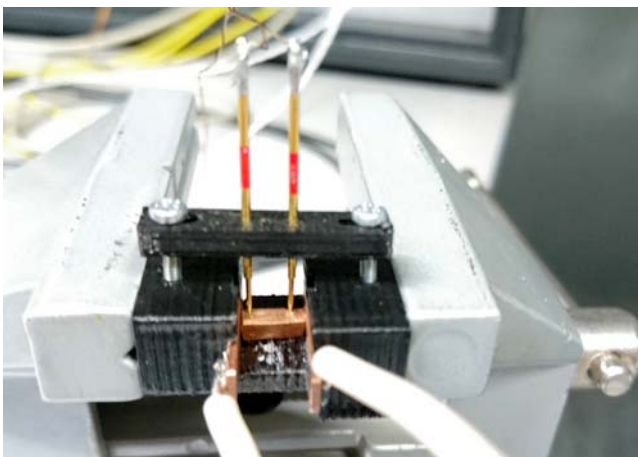
Rys.6. Różnica potencjałów wzdłuż próbki przy przepływie prądu stałego 1 A, wymuszonego za pomocą płaskich elektrod umieszczonych na przeciwległych bokach próbki o długości l

Z badań symulacyjnych wynika, że w celu zmniejszenia efektu brzegowego należy zastosować elektrody prądowe doprowadzające prąd do całej powierzchni ścianki bocznej badanej próbki. W celu zmniejszenia wpływu ewentualnych trudnych do uniknięcia nierówności powierzchni bocznych próbek zdecydowano się odsunąć elektrody napięciowe o około 0,5 mm od miejsca styku elektrod prądowych ze ściankami badanej próbki.

Pomiar rezystancji próbek

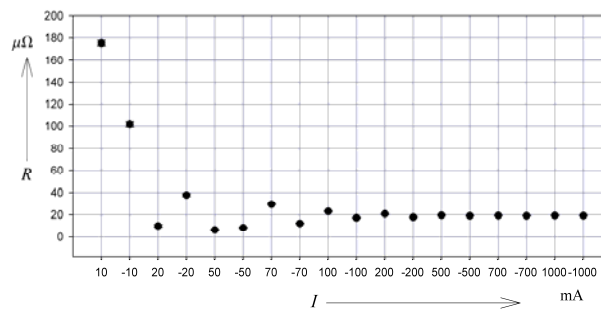
Ze względu na niewielkie wymiary próbek, do pomiaru spadku napięcia na próbce zastosowano elektrody

ostrzowe. Istotne było odpowiednie rozmieszczenie elektrod napięciowych względem elektrod prądowych tak, aby rozkład prądu płynącego przez próbkę był możliwie jednorodny. Elektrody zostały przymocowane do badanej próbki za pomocą specjalnie do tego celu zaprojektowanego uchwytu wykonanego techniką druku 3D. Uchwyt ten, po umieszczeniu w imadle, zapewnia stabilny docisk elektrod do badanej próbki (Rys. 7). Powierzchnie boczne próbek, do których przylegają elektrody zostały oszlifowane, tak aby były równoległe względem siebie. Elektrody do pomiaru napięcia na próbce to typowe sprężyste pozłacane elektrody igłowe, stosowane do testowania aparatury elektronicznej, zapewniające bardzo dobry kontakt elektryczny z badaną próbką. W celu zmniejszenia wpływu odginania się elektrod każdorazowo przed pomiarem dokonywano pomiaru suwmiarką odległości pomiędzy elektrodami napięciowymi.



Rys. 7. Próbkę zamocowaną w uchwycie wykonanym metodą druku 3D, wraz z pionowymi elektrodami ostrzowymi służącymi do pomiaru napięcia oraz płaskimi elektrodami prądowymi, wykonanymi z blachy miedzianej

Na stanowisku dokonano pomiaru rezystancji trzech próbek (P1, P2, P3). W zależności od polaryzacji prądu testującego oraz jego wartości uzyskano różne wyniki oraz niepewność pomiaru. Najmniejszą niepewność pomiaru uzyskano dla największych prądów. Dla prądów powyżej 1 A zaobserwowano niewielki wzrost temperatury próbki. Dla prądów o wartościach mniejszych od 200 mA zaobserwowano wpływ efektów termoelektrycznych na wartość mierzonego napięcia (i pośrednio na wartość rezystancji) dla różnych polaryzacji prądu testującego. Zjawisko to jest spowodowane niewielkimi różnicami temperatury pomiędzy elektrodami pomiarowymi a powierzchnią badanej próbki oraz różnicami w wartościach współczynników Seebecka elektrod igłowych, badanej próbki oraz cynowo-olowiowego stopu lutowniczego. Wpływ zjawisk termoelektrycznych zwiększa się ze zmniejszaniem prądu testującego (rys. 8). Do obliczeń przewodności próbki wykorzystano wyniki uzyskane przy prądzie testującym o wartości 700 mA. Napięcie na próbce zostało wyznaczone na podstawie wyników serii 12 pomiarów. Wartość prądu testującego nie była mierzona, a niepewność jej nastawy została wyznaczona na podstawie specyfikacji kalibratora. Rezystancja każdej z 3 próbek została zmierzona czterokrotnie, a serie pomiarów oznaczono symbolami S1, S2, S3 oraz S4. Po każdym pomiarze próbka była wyjmowana z zacisków uchwytu, obracana o 90°, tak aby elektrody napięciowe stykały się z innym bokiem próbki. Podczas każdej z prób rezystancję mierzono dla obydwu polaryzacji prądu, tak aby zminimalizować wpływ zjawisk termoelektrycznych.



Rys.8. Wartość rezystancji próbki P1 dla różnych wartości prądu testującego

Budżet niepewności pomiaru rezystancji przedstawiono w Tab.1. Uwzględniono w nim właściwości zastosowanych przyrządów pomiarowych.

Tabela 1. Budżet niepewności pomiaru rezystancji próbki P1S1 metodą techniczną. Parametr k jest współczynnikiem rozszerzenia niepewności pomiarowej dla rozkładu normalnego.

Parametr	Wymiar	Wartość	Niepewność ($k=1$)	Udział
Prąd testujący	mA	700,000	0,036	0,07%
Napięcie na próbce	μV	13,534	0,023	80%
Niepewność typu A pomiaru napięcia	μΩ		0,017	~20%
Rezystancja	μΩ	19,241	0,038	

Wyznaczenie średniego przekroju poprzecznego

Niepewność pomiaru przewodności próbek jest zdeterminowana zarówno niepewnością pomiaru rezystancji, jak i niepewnością wyznaczenia wymiarów geometrycznych badanych próbek. W przypadku próbek o stosunkowo dużym przekroju poprzecznym oraz niewielkiej długości, wpływ tych czynników na wypadkową niepewność wyznaczenia przewodności może być znacznie większy niż niepewność pomiaru rezystancji próbki.

Ogólnie rezystancję próbki można wyznaczyć ze wzoru:

$$(2) \quad R = \frac{l}{S\sigma}$$

gdzie l jest długością próbki, S polem jej przekroju poprzecznego próbki, a σ szukaną przewodnością materiału z którego wykonana jest próbka.

Jedną z wielkości fizycznych, występujących we wzorze na jej przewodność jest przekrój poprzeczny próbki. Ze względu na jej nieregularny kształt, przekrój poprzeczny wzdłuż kierunku przepływu prądu nie ma stałej wartości. Z tego powodu przewodność wyznaczono ze średniego przekroju poprzecznego, obliczanego w sposób pośredni. Próbkę w pierwszej kolejności była ważona za pomocą precyzyjnej wagi w celu wyznaczenia jej masy m . Znając gęstość stopu metalu ρ z którego wykonano próbkę, można obliczyć jej objętość V z zależności:

$$(3) \quad V = \frac{m}{\rho}$$

Następnie mierzac suwmiarką długość próbki l , zdefiniowaną jako odległość pomiędzy dwoma przeciwległymi bokami, prostopadłymi do kierunku przepływu prądu. Średnie pole przekroju poprzecznego próbki jest równe:

$$(4) \quad S_{av} = \frac{V}{l}$$

Po wprowadzeniu obliczonej z (4) wartości do wzoru na przewodność (1) otrzymuje się:

$$(5) \quad \sigma = \frac{l}{S_{av}R}$$

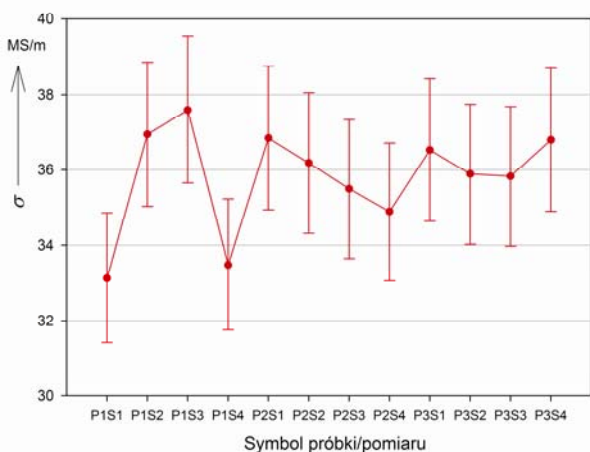
Niepewność wyznaczenia średniego przekroju porzecznego powyższą metodą przedstawiono w Tabeli 2.

Tabela 2. Budżet niepewności wyznaczenia średniego przekroju poprzecznego próbki P1S1. Parametr k jest współczynnikiem rozszerzenia niepewności pomiarowej dla rozkładu normalnego.

Parametr	Wymiar	Wartość	Niepewność ($k=1$)	Udział
Masa	mg	0,4976	0,0002	0,6%
Długość próbki l	mm	7,63	0,006	1,5%
Gęstość	kg/m ³	8960	450	98%
Rezystancja	mm ²	7,28	0,37	

Budżet niepewności pomiaru przewodności

W oparciu o wyniki pomiarów rezystancji oraz wymiary geometryczne próbek obliczono przewodność badanych próbek oraz ich niepewności. Wyniki przedstawiono na Rys. 9.



Rys.9. Obliczona przewodność próbek P1,P2,P3. Przyrostkami Sx oznaczono kolejne serie pomiaru rezystancji tej samej próbki

Wyniki przedstawione na Rys. 9 wskazują na dobrą powtarzalność wartości zmierzonej przewodności wszystkich trzech próbek, wykonanych z nominalnie tego samego stopu miedzi. Największy rozrzut występuje dla wyników pomiaru próbki S1. Spowodowane to było początkowym brakiem doświadczenia w mocowaniu próbek.

Budżet niepewności przedstawiono w Tab. 3. Całkowitą niepewność pomiaru wstępnie oszacowano na około 5,3%. Największy udział w budżecie niepewności posiada niepewność związana z nieznanym składem stopowym badanej próbki, determinującym jej ciężar właściwy, a w dalszej kolejności niepewność związana z pomiarem odległości pomiędzy elektrodami napięciowymi.

Tabela 3. Budżet niepewności wyznaczenia przewodności badanych próbek. Parametr k jest współczynnikiem rozszerzenia niepewności pomiarowej dla rozkładu normalnego.

Parametr		Wartość	Niepewność ($k=1$)	Udział
Rezystancja	$\mu\Omega$	19,24	0,04	0,4%
Długość (odległość pomiędzy elektrodami)	mm	4,64	0,06	5,3%
Przekrój poprzeczny	mm ²	7,31	0,37	~90%
Niepewność typu A	MS/m		0,40	4,3%
Przewodność	MS/m	35,8	1,9	

Podsumowanie

W artykule opisano stanowisko pomiarowe umożliwiające pomiar przewodności elektrycznej próbek o małych wymiarach geometrycznych, wykonanych ze stopów metali o bardzo małej rezystywności. Oprócz małych wymiarów geometrycznych próbki charakteryzują się nieregularnym kształtem przekroju poprzecznego. Całkowitą niepewność pomiaru przewodności oszacowano na około 5,3% ($k=1$). Niepewność ta jest zdeterminowana przede wszystkim niepewnością wyznaczenia przekroju poprzecznego próbki. Dla próbek o regularnym kształcie możliwe jest dalsze znaczące zmniejszenie całkowitej niepewności pomiaru do około 2-3%.

Autorzy: dr inż. Michał Grzenik, Politechnika Śląska, Katedra Metrologii, Elektroniki i Automatyki, ul. Akademicka 10, 44-100 Gliwice, E-mail: michal.grzenik@polsl.pl, dr inż. Krzysztof Kubiczek, stypendysta korzystający ze wsparcia finansowego Fundacji na rzecz Nauki Polskiej (FNP), Politechnika Śląska, Katedra Metrologii, Elektroniki i Automatyki, ul. Akademicka 10, 44-100 Gliwice, E-mail: krzysztof.kubiczek@polsl.pl, prof. dr hab. inż. Marian Kampik, Politechnika Śląska, Katedra Metrologii, Elektroniki i Automatyki, ul. Akademicka 10, 44-100 Gliwice, E-mail: marian.kampik@polsl.pl

LITERATURA

- [1] M. Naftaly et al., Sheet Resistance Measurements of Conductive Thin Films: A Comparison of Techniques, *Electronics*, vol. 10, no. 8, p. 960, 2021.
- [2] I. Miccoli, F. Edler, H. Pfnür and C. Tegenkamp, The 100th anniversary of the four-point probe technique: the role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems, *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 27, no. 22, p. 223201, 2015.
- [3] J. Bahk, T. Favaloro and A. Shakouri, Thin film thermoelectric characterization techniques, *Annual Review of Heat Transfer*, vol. 16, no. 1, pp. 51-99, 2013.
- [4] L. Hao, J. Gallop, S. Goniszewski, O. Shaforost, N. Klein and R. Yakimova, Non-contact method for measurement of the microwave conductivity of graphene, *Applied Physics Letters*, vol. 103, no. 12, p. 123103, 2013.
- [5] J. Harms and T. Kern, Theory and Modeling of Eddy Current Type Inductive Conductivity Sensors, *The 8th International Symposium on Sensor Science*, 2021.
- [6] 3458A Multimeter – datasheet <https://www.keysight.com/us/en/assets/7018-06796/data-sheets/5965-4971.pdf>, dostęp z dnia 1 lipca 2022.
- [7] COMSOL Multiphysics® v. 6.0. www.comsol.com. COMSOL AB, Stockholm, Sweden.