

§ 2.2. Методика создания давления

В настоящей работе для создания высокого гидростатического давления использовался метод /59, 63/. Применение мало-табаритной автономной камеры из немагнитного материала позволило провести гальваномагнитные и термомагнитные измерения. Давление в автономной камере создавалось при комнатной температуре с помощью мультиплексора /59/.

Конструкция автономной камеры представлена на рис.2.1. На этом рисунке: 1 - многоэлектродная пробка; 2 - конус с углом раствора 30° ; 3 - запирающий клапан с головкой, имеющей

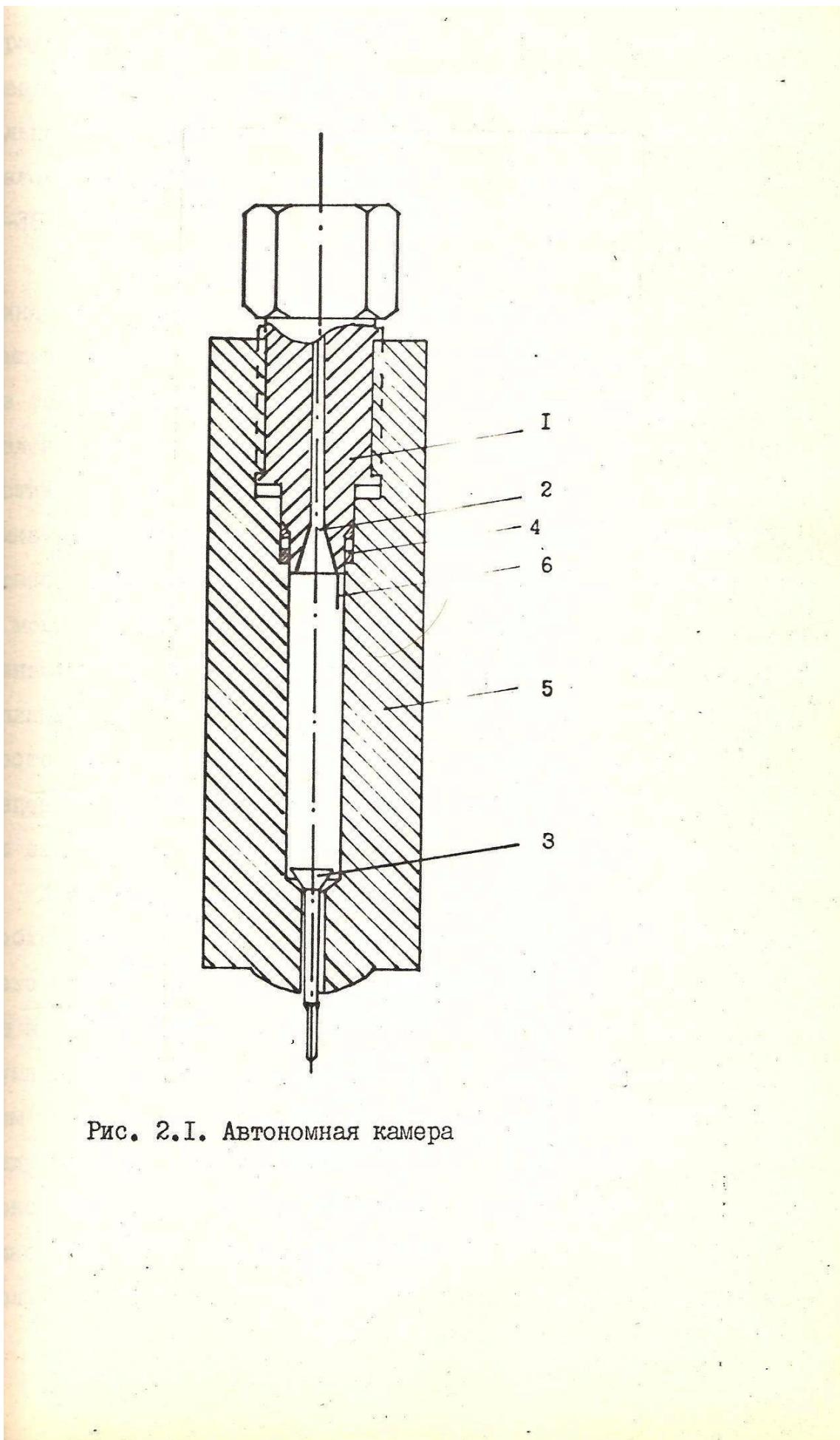


Рис. 2.1. Автономная камера

форму конуса, угол раствора которого $100\text{--}110^\circ$, гнездо клапана имеет несколько больший угол раствора; 4 - уплотнительные кольца; 5 - корпус камеры; - корпус камеры и все детали изготовлены из берилиевой бронзы БР - Е2 и термообработаны до 35-38 ед. Н_{ДС}.

Для создания давления камера фиксированного давления соединяется с мультиликатором, в котором усилием пресса, толкающего поршень и сжимающего жидкость, создается давление. Через соединительное отверстие мультиликатора под действием давления клапан I открывает автономную камеру рис. 2.3а. При достижении нужного давления внутри камеры давление в мультиликаторе снимается. В это время пружина 2 опускает клапан I в свое гнездо, а в камере остается нужное давление, после чего ее можно отсоединить. Для снятия давления камера вновь подсоединяется к мультиликатору. При достижении давления в мультиликаторе, равного давлению в камере, пружина, припаянная к хвостовику клапана, как это показано на рис.2.3б, прижимает клапан и не позволяет ему опуститься при медленном сбросывании давления.

Для проведения гальваномагнитных измерений внутрь камеры необходимо было вводить большое количество электроводов. Для этого использовалась многоэлектродная пробка рис. 2.2. Вводимые в камеру провода укладывались по образующей конуса между двумя бумажными обкладками, которые помещались между коническим отверстием и боковой поверхностью конуса. Пространство между боковыми поверхностями конуса и отверстия заливалось эпоксидной смолой. После чего производилась полимеризация эпоксидной смолы в течение 7-8 часов при $T = 70\text{--}80^\circ\text{C}$. Состав смолы был определен опытным путем, куда входили следующие ком-

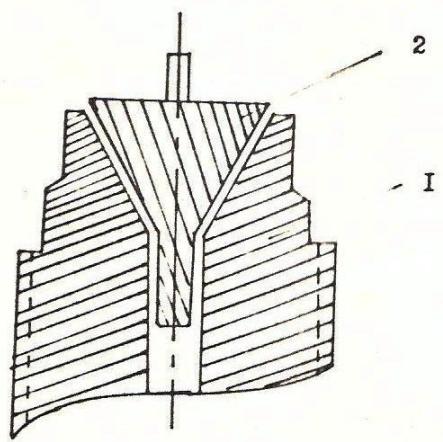


Рис. 2.2. Многоэлектродная пробка

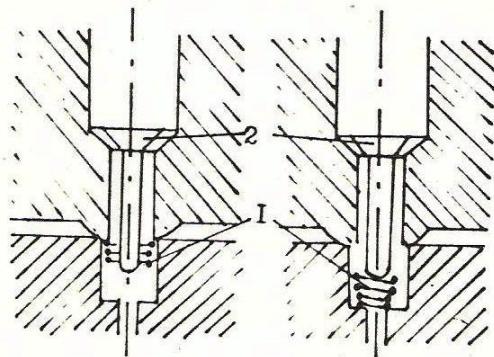


Рис. 2.3. Схема работы клапана

поненты:

1. Смола ЭД - 5, 100 весовых частей.
2. Диметиловый эфир, 5-10 весовых частей.
3. Полиэтиленполиамин 20-25 весовых частей.

§ 2.3. Среда, передающая давление

Для передачи давления использовалась полиэтиленсилоксановая жидкость ПЭС-5, обеспечивающая гидростатичность до давлений 1,5-1,6 ГПа.

Измерение давления производилось манганиновым датчиком сопротивления, выполненным из эbonитового каркаса, на который бифилярно наматывался манганиновый провод диаметром 0,1 мм. Намотка проводилась без рядовой укладки с целью лучшего проникновения жидкости к виткам датчика. После термической обработки при 80-120⁰С в течение двух часов производилась градуировка датчика при комнатной температуре с помощью образцового поршневого манометра до 1,5 ГПа. Установленный барический коэффициент датчиков составил:

$$K = \Delta R / (R_0 \cdot P) = 2.45 \cdot 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1} \quad (2.3.1)$$

и не зависел от давления в интервале до 1,5 ГПа. Здесь Р - давление, R_0 - сопротивление датчика при атмосферном давлении (около 100 ом), ΔR - изменение сопротивления под давлением. Измерение сопротивления производилось с помощью моста постоянного тока Р4833, с точностью до 10 МПа.

Зависимость изменения давления от температуры исследовалась различными способами в интервале температур 80-300⁰К в работах /59, 5/. Получено, что давление в камере уменьшается линейно при изменении температуры от 300 до 80 К на 0,35 ГПа (Рис.2.4).

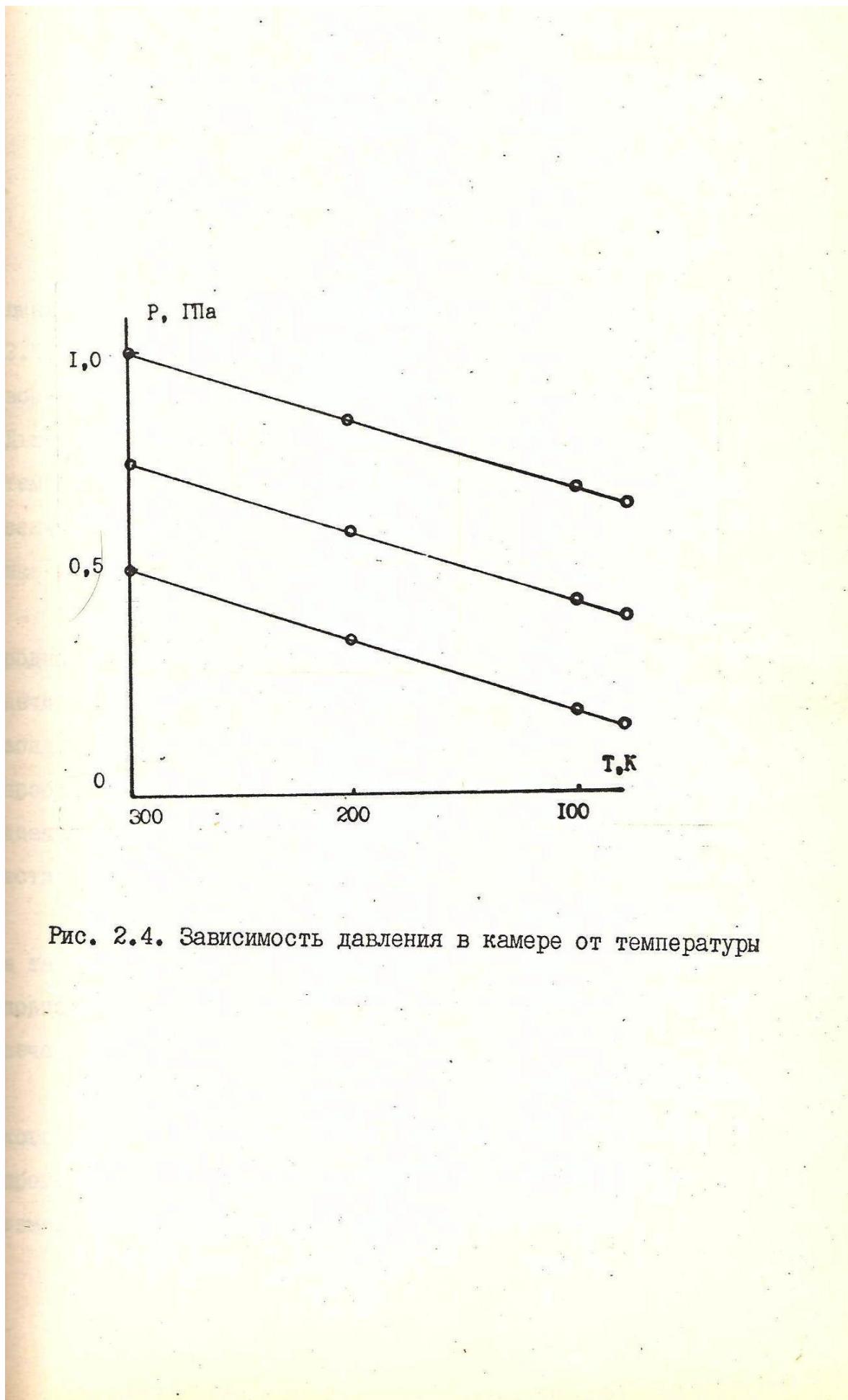


Рис. 2.4. Зависимость давления в камере от температуры

§ 2.4. Измерение удельного сопротивления, магнето-сопротивления, эффекта Холла, дифференциальной термоэдс и оценка ошибок эксперимента под давлением в интервале температур 77-300 К

Измерение вышеперечисленных эффектов проводилось в специально изготовленном устройстве, изображенном на рисунке 2.5. Автономная камера помещалась в нагреватель 2, а затем всё это помещалось в стеклянную колбу 3 и опускалось в сосуд Дьюара 4, наполненный жидким азотом. Охлаждение камеры до температуры жидкого азота длилось более двух часов. Изменяя величину тока через нагреватель, удавалось получить стабильные температурные точки в исследуемом интервале.

Исследуемые образцы устанавливались на конусе многоэлектродной пробки рис.2.6, здесь 1 - образец, 2 и 3 - градиентные печи, 4 - медь константановые термопары, 5 и 6 - Холловские зонды, 7 - токоподводящие провода, 8 - конус многоэлектродной пробки, 9 - тонкая медная полоска, на которой закреплена градиентная печь 2. Такое крепление позволяет легко производить вставку образца.

Зонды для измерения падения напряжения, сигнала Холла, а также градиентные печи припаивались к образцу легкоплавким припоем, токоподводящие провода припаивались к градиентным печам.

Термопары градуировались по реперным точкам: кипения жидкого азота, кислорода и затвердевания ртути. Эдс термопар в промежуточных температурах рассчитывались на ЭВМ. Точность измерения температуры составляла $0,1^{\circ}\text{K}$.

Распайка зондов на образце проводилась под микроскопом

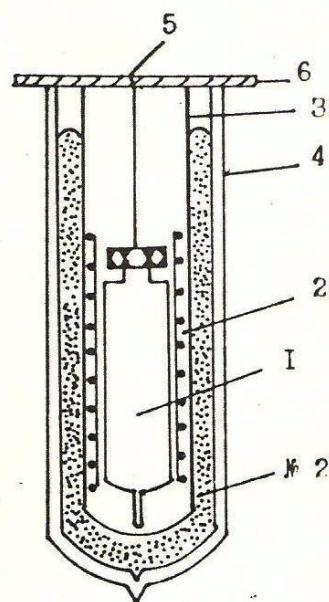


Рис. 2.5. Держатель для низкотемпературных измерений

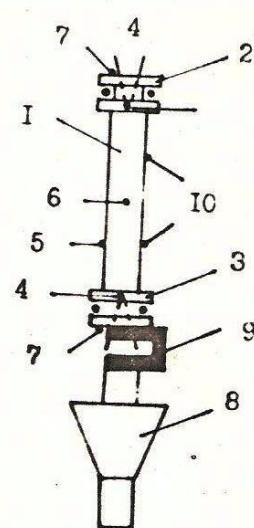


Рис. 2.6. Установка образца на конусе многоэлектродной пробки

МБС-І, расстояние между зондами и геометрические размеры образца определялись с помощью того же микроскопа.

А. Удельное сопротивление измерялось широко распространенным (из-за простоты и надежности) двухзондовым методом /87/ при постоянном (от стабилизированного источника) токе через образец 0,2 А. В цепь последовательно с измеряемым образцом включалось эталонное сопротивление. Измеренное падение напряжения на этом сопротивлении ампервольтметром Ф 30 позволило измерять ток через образец с ошибкой менее 0,1%.

Пропускание тока через образец в двух направлениях дало возможность устраниТЬ влияние ассимметричного расположения зондов. Э.д.с. Пельтье, измеренное при выключенном токе, составила менее 1% от общего сигнала. Это объясняется тем, что образец находился в теплопроводящей среде, препятствующей возникновению значительного градиента температур.

Сечение образца постоянно по длине, а размеры его выби-рались так, чтобы зонды располагались от токовых контактов на расстоянии не меньшем, чем величина поперечной грани. В про-тивном случае будет вноситься ошибка за счет искривлений ли-ний тока /87/.

При измерении удельного сопротивления основная ошибка связана с неточностью определения геометрических размеров образца и расстояния между зондами, производимыми с помощью микроскопа МБС-І с точностью не более 2% (расстояние между зондами за счет их толщины) и 0,2% (поперечные размеры).

Относительная ошибка измерений удельного сопротивления под действием давления связана с изменением геометрических размеров образца. В /64/ показано, что при давлении 1 Па,

уменьшение размеров образца вдоль оси $C_3 \approx 1\%$, а уменьшением вдоль C_2 и C_1 можно пренебречь.

Вышеуказанные обстоятельства позволили измерять удельное сопротивление с точностью, не превышающей 4%.

Магнетосопротивление измерялось на постоянном токе в постоянном магнитном поле при двух направлениях тока и поля. Держатель для низкотемпературных измерений (рис.2.5) крепился на станине магнита в поворотном устройстве, позволяющем ориентировать магнитное поле относительно граней образца с точностью $\pm 1^\circ$. Величина поля определялась с помощью ИМИ-3, предварительно выверенным с помощью ИМИ-2. До 0,07 Тл магнитное поле создавалось соленоидом, а от 0,07 до 0,8 Тл - с помощью электромагнита. Область магнитного поля, в которой помещался участок камеры с образцом, исследовалась теслоамперметром. В пределах точности измерения данного прибора не было обнаружено неоднородностей магнитного поля.

Метод измерения магнетосопротивления в постоянном поле и токе заключается в измерении падения напряжения V_p при $B=0$ и V_p^B при $B=B_0$ и затем вычисляют из

$$(V_p^B - V_p) / V_p = \rho_{ijkl} B^2 / \rho_{ij} \quad (2.4.1)$$

В этом случае трудно обеспечить высокую точность измерения. Например, для чистого висмута $\rho_{1122} = 1.17 \cdot 10^{-4} \Omega \text{м} / \text{Тл}^2$, $\rho_{ii} = 1.16 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{м}$ тогда при $B = 0,1 \text{ Тл}$ $\Delta V_p / V_p \approx 0,01$. Поэтому точность определения магнетосопротивления в слабом магнитном поле с учетом всех факторов, влияющих на измерение, не превышает 20-22%.

Б. Измерение эффекта Холла в интервале температур 77-330 К,

проводилось на постоянном токе в постоянном магнитном поле при фиксированных его значениях до 0,8 Тл по стандартной методике, обычно применяемой для такого рода измерений, и без давления. При этом учитывались ошибки, присущие этому методу. Основная ошибка связана с неточностью установки холловских зондов на одной эквипотенциальной поверхности. Помимо этого на холловскую разность потенциалов накладываются эффекты Эттингсгаузена, Нерста-Эттингсгаузена и Риги-Ледюка. В этом случае сигнал с холловских зондов при учете этих эффектов равен:

$$U = U_x + U_\vartheta + U_{H-\vartheta} + U_{R-L} + U_0$$

где U_x холловская разность потенциалов, U_ϑ - разность потенциалов, связанная с эффектом Эттингсгаузена, $U_{H-\vartheta}$ - разность потенциалов, связанная с эффектом Нерста-Эттингсгаузена, U_{R-L} - разность потенциалов, связанная с эффектом Риги-Ледюка, U_0 - разность потенциалов, возникающая из-за неточной установки холловских зондов на одной эквипотенциальной поверхности.

Если проводить измерения при двух направлениях постоянного магнитного поля B и двух направлениях тока J , то можно исключить все паразитные эдс кроме U_ϑ

1. При (J, \vec{B}) $U_1 = U_x + U_\vartheta + U_{H-\vartheta} + U_{R-L} + U_0$
2. При $(-J, \vec{B})$ $U_2 = -U_x - U_\vartheta + U_{H-\vartheta} + U_{R-L} - U_0$
3. При $(-J, -\vec{B})$ $U_3 = U_x + U_\vartheta - U_{H-\vartheta} - U_{R-L} - U_0$
4. При $(J, -\vec{B})$ $U_4 = U_x - U_\vartheta - U_{H-\vartheta} - U_{R-L} + U_0$

отсюда: $U_x + U_\vartheta = \frac{1}{4}(U_1 - U_2 + U_3 - U_4)$

Так как образец находится в теплопроводящей среде, градиент температур, возникающий вдоль оси образца из-за поглощения и выделения тепла Пельтье на концах образца при протекания постоянного тока, очень мал, то можно U_ϑ не учитывать.

Во время измерения эффекта Холла при разных температурах,

с помощью термопар осуществлялся контроль изотермичности в целях предотвращения большого теплового потока, в результате которого U_{H-e} и U_{P-A} могут стать сравнимы с U_x , что заметно уменьшит точность измерений, несмотря на то, что эти сигналы исключались. Наличия градиента температур не было обнаружено, это связано с тем, что образец находился в массивной камере, хорошо выполняющей роль стабилизатора температуры.

Точность измерения коэффициентов Холла монокристаллических образцов висмута, легированных оловом, в значительной степени будут зависеть от уровня легирования и ориентации в магнитном поле. Так как величина сигнала от этих факторов может изменяться на порядок и ошибки при измерении Холловской разности потенциалов с учетом ошибок, возникающих за счет неточности измерения давления (1%), тока через образец (менее 0,1%), величины магнитного поля (1,5%), ошибки в определении ориентации граней образца относительно кристаллографических осей (0,5%), составляла 4-7%.

В. Наибольшие трудности представляет собой измерение термоэдс, так как необходимо было создать градиент температуры на образце, находящемся в камере высокого давления с рабочей жидкостью. Измерения проводились обычным потенциометрическим методом с помощью потенциометра постоянного тока Р - 348.

Выбор медьюконстантановых термопар определяется следующими соображениями: во-первых, они имеют в исследуемом интервале температур довольно большую чувствительность, во-вторых, как показано в /139/, давление практически не оказывает влияния на их показания.

Основная ошибка при измерении термоэдс связана с погреш-

ностями измерения градиента температур. При исследовании термоэдс под давлением, как было показано Воровым /25/, эта ошибка особенно велика при измерении температуры поверхности образца вследствие влияния передающей давление жидкости. Чтобы исключить влияние окружающей жидкости на точность измерения температуры и ее градиента, спай термопар помещались в отверстия, просверленные в нагревателях до середины торцов образца рисунок 2.6. В этом случае точность измерения температуры поверхности образца зависела от качества припайки градиентных печей. С этой целью торцы образца и поверхности нагревателей подвергались шлифовке, что позволяло очень тонким слоем сплава Вуда припаивать градиентные печи к образцу и более точно измерять температуру его поверхности. Градиентные печи представляют собой медный каркас, на который электрически изолированно от него наматывается манганиновый провод сопротивлением 15-20 Ом.

Для проверки идентичности припайки термопар каждое измерение проводилось при двух направлениях теплового потока, от одной и другой градиентных печей. При этом полученное значение термоэдс, когда давление в камере равнялось атмосферному, совпадало со значениями термоэдс, измеренными в вакууме.

По серии измерений термоэдс на одном образце по разбросу значений и с учетом ошибок, вносимых прибором при измерении сигнала, термопарами при измерении температур, была оценена ошибка, которая не превышала 5%.