

# Analisi Esperimenti Ca214

October 21, 2022

## 1 Esperimenti

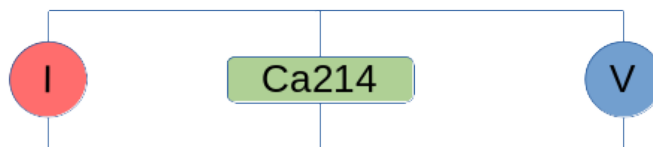
Foglio di sintesi degli esperimenti effettuati su campioni di Ca214 per la caratterizzazione elettrica. La caratterizzazione è realizzata con connessione a 2-fili iniettando corrente lungo l'asse C e misurando la tensione risultante in funzione della temperatura. Gli esperimenti sono effettuati sia con corrente costante che variabile nella forma di una rampa lineare o di onda quadra.

### 1.1 Strumentazione

Negli esperimenti sono stati utilizzati due diversi generatori di corrente i modelli 2400 e 6221 della Keithley Inc. e come voltmetro il modello 2182A sempre della Keithley Inc., montati secondo lo schema seguente:

Source Meter KEITHLEY  
INSTRUMENTS INC.,  
MODEL 6221 or 2400

Nanovolt Meter KEITHLEY  
INSTRUMENTS INC.,  
MODEL 2182A

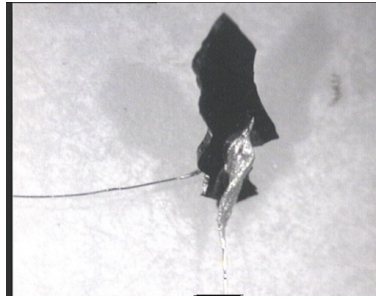


La temperatura è stata misurata con un sensore al Si modello DT-400 della LakeShore collegato al multimetro della Keithley modello 2700.

### 1.2 Realizzazione dei Contatti

I contatti sul cristallo sono stati realizzati a freddo usando una pasta saldante a base di Ag, sono state sperimentate due diverse paste saldanti.

Esempio di contatto su CA12X\_C5:



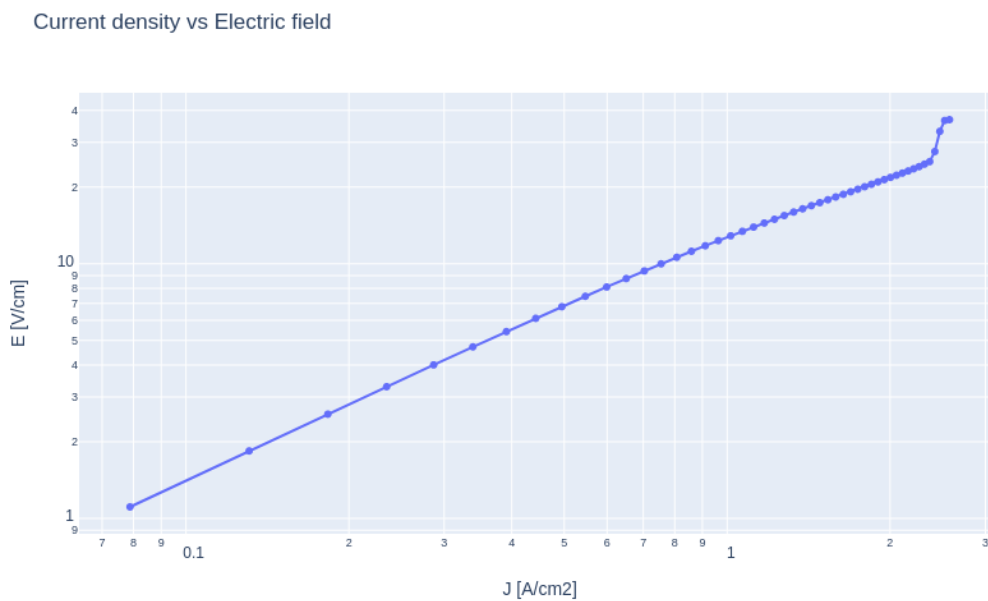
Per alcuni cristalli è stata creata una piazzola depositando Ag su entrambe le facce con il metodo della polverizzazione catodica per migliorare la qualità del contatto.

Esempio di deposizione su CA12X2\_C1:

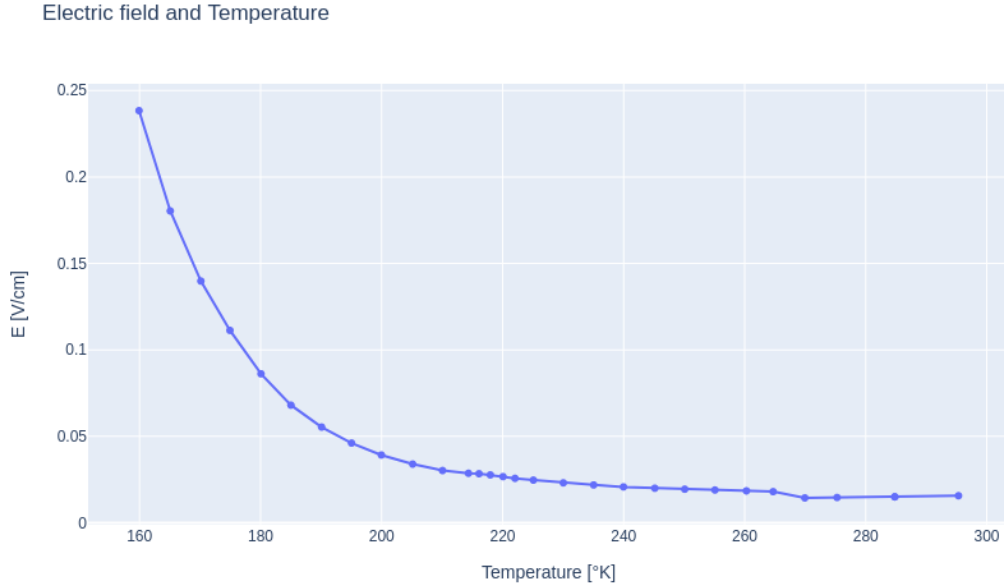


### 1.3 Esempi di caratteristica

Esperimento su campione di **CA15A** a corrente variabile a temperatura di **295°K**:



Esperimento su campione di **CPRO\_03\_CE2\_A1** a temperatura variabile e corrente di **30uA**:



## 1.4 Oscillazioni del campo elettrico

Durante le sperimentazioni, per alcuni cristalli (si vedano i paragrafi 1.4 e 1.5), si è misurata un'oscillazione del campo elettrico in certe condizioni di temperatura e corrente. Il fenomeno è stato registrato con diverse strumentazioni e modalità di contatti e si è evidenziato a **temperature inferiori di 130°K** e per **densità di corrente inferiori a 100 uA/cm<sup>2</sup>**.

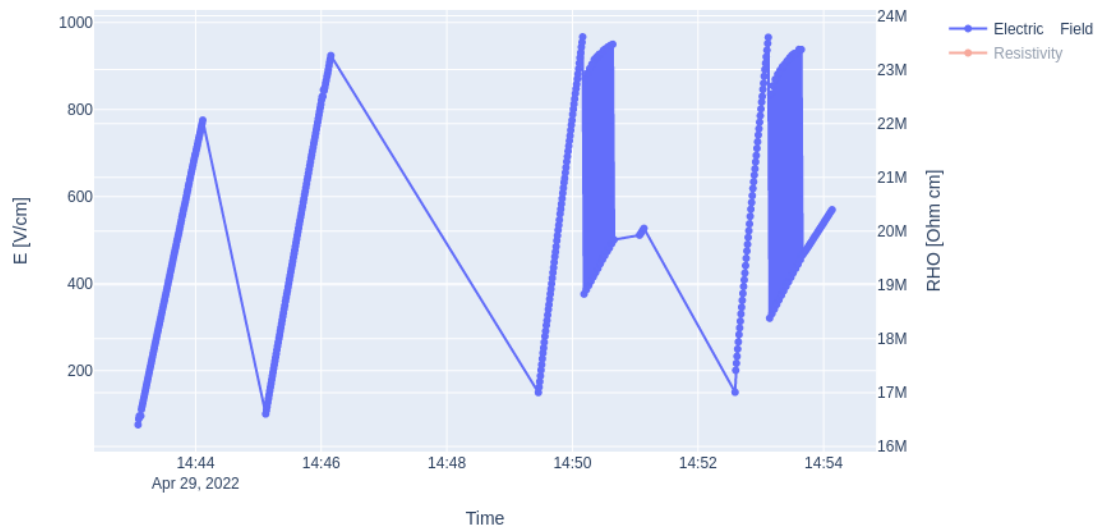
Di queste oscillazioni sono state misurate l'ampiezza e il periodo riscontrando per queste grandezze un intervallo di [**~100, ~450**]V/cm per la prima e [**~2000, ~2800**]ms per la seconda, si veda il paragrafo 3.1.4. Il valore inferiore di ~2s del periodo potrebbe dipendere dai limiti del sistema di misurazione.

Dalla valutazione complessiva dei dati non si evidenzia alcuna correlazione diretta del periodo e dell'ampiezza delle oscillazioni con la temperatura e la densità di corrente, si consultino le matrici di correlazione della sezione 4.

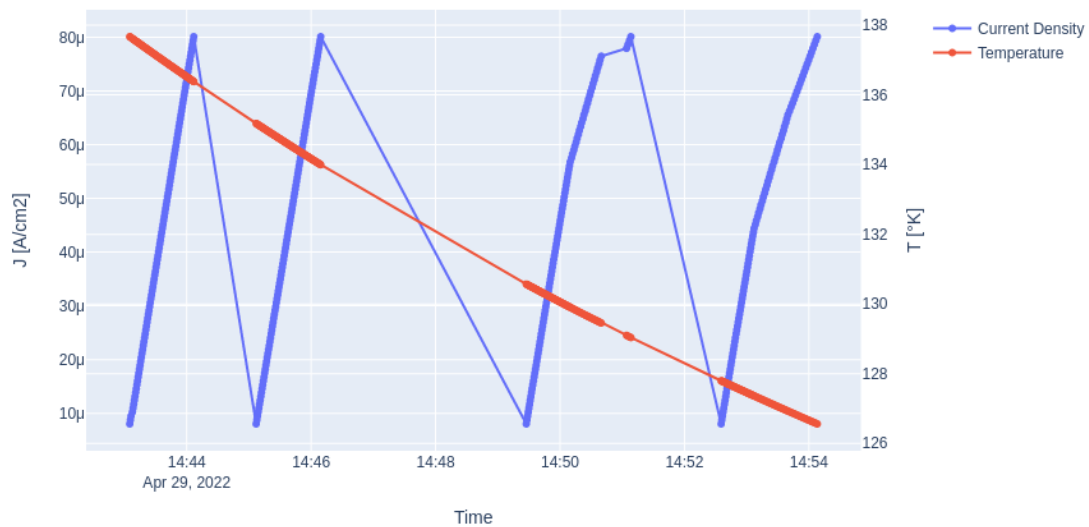
### 1.4.1 Innesco dovuto alla temperatura

Esempio dell'innesco delle oscillazioni per effetto della temperatura sul campione di cristallo **CA12\_01\_A**. L'esperimento CA12\_01\_A\_current\_from\_1e-7\_to\_10e-7A-2022042914575 consiste nella polarizzazione del campione con una rampa di corrente da **0.1uA a 1uA** ripetuta per quattro volte con la temperatura che parte da **137.67°K** e scende fino a **126.56°K**. Le prime due rampe di corrente non presentano oscillazioni, la terza presenta oscillazioni appena la temperatura scende sotto 130°K, oscillazioni che si ripresentano nella quarta e ultima rampa. In quest'ultima la temperatura è più bassa e l'innesco avviene a una corrente più bassa rispetto alla rampa precedente.

Electric field, Resistivity



Current Density, Temperature

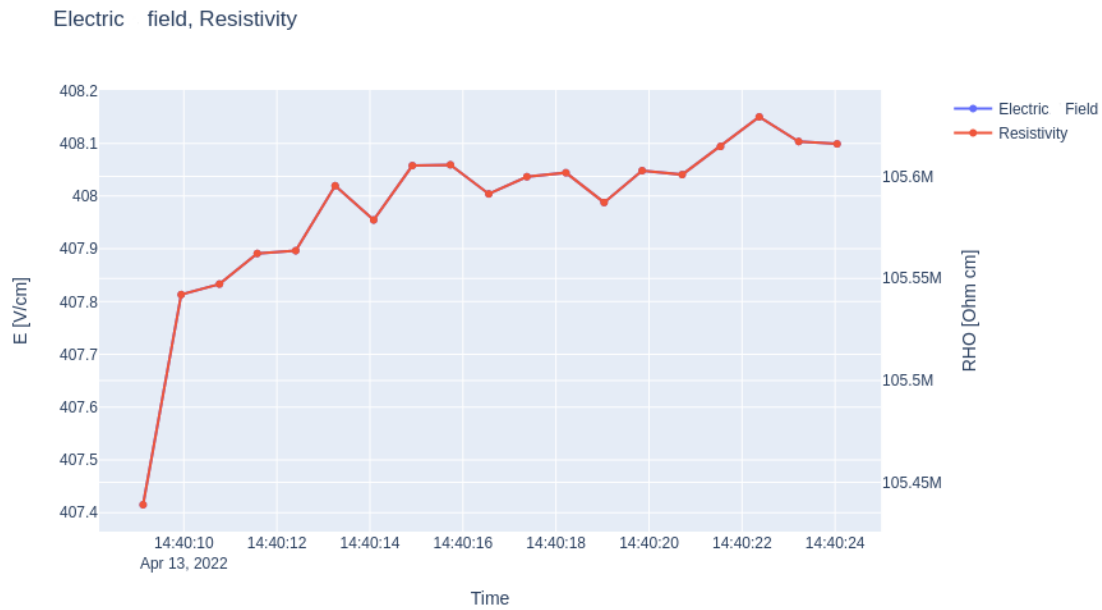


È da notare che la pendenza della densità di corrente si riduce all'innesco delle oscillazioni, questo aspetto è comune a tutti gli esperimenti con rampa.

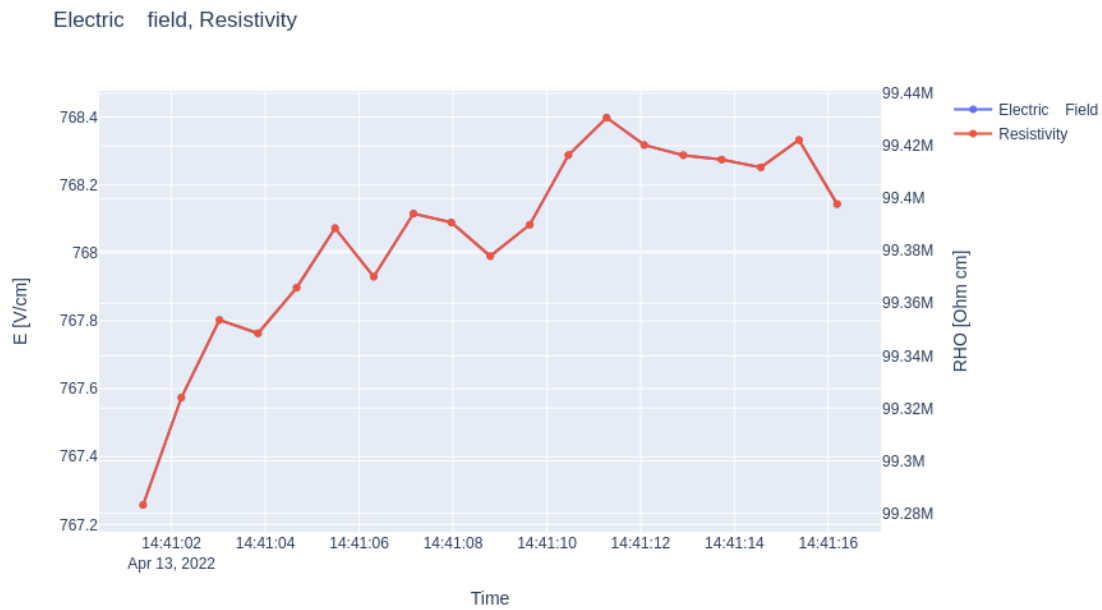
#### 1.4.2 Innesco dovuto alla corrente

In questo caso è preso in esame il campione **CA12X\_C5** polarizzato con corrente costante con una sequenza di esperimenti alla temperatura di **113°K**

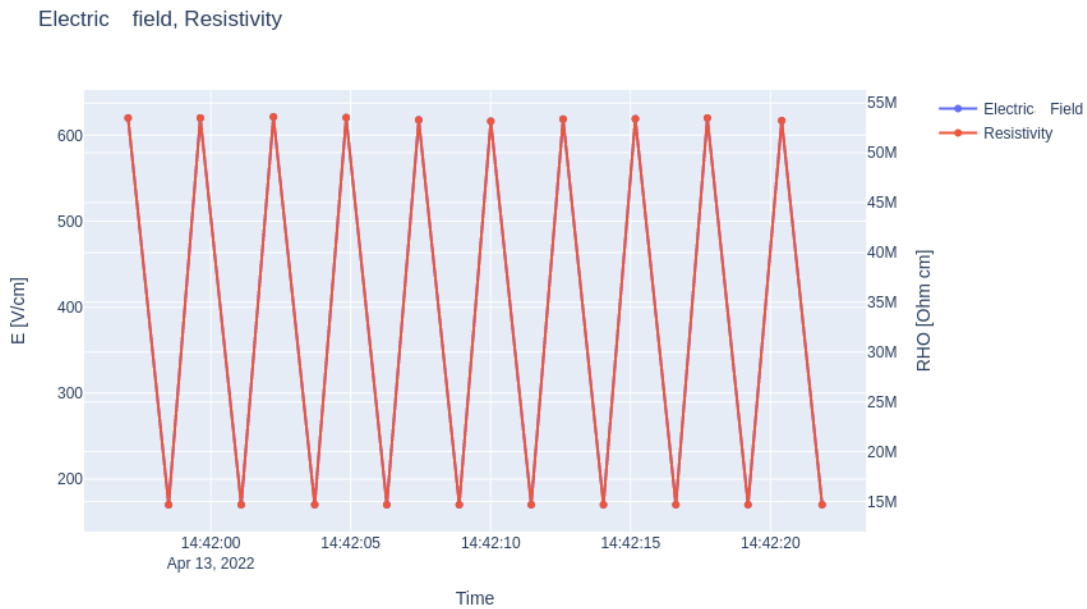
Esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_1e-7A-20220413144028 con corrente costante di **0.1uA**, non presenta oscillazioni del campo elettrico



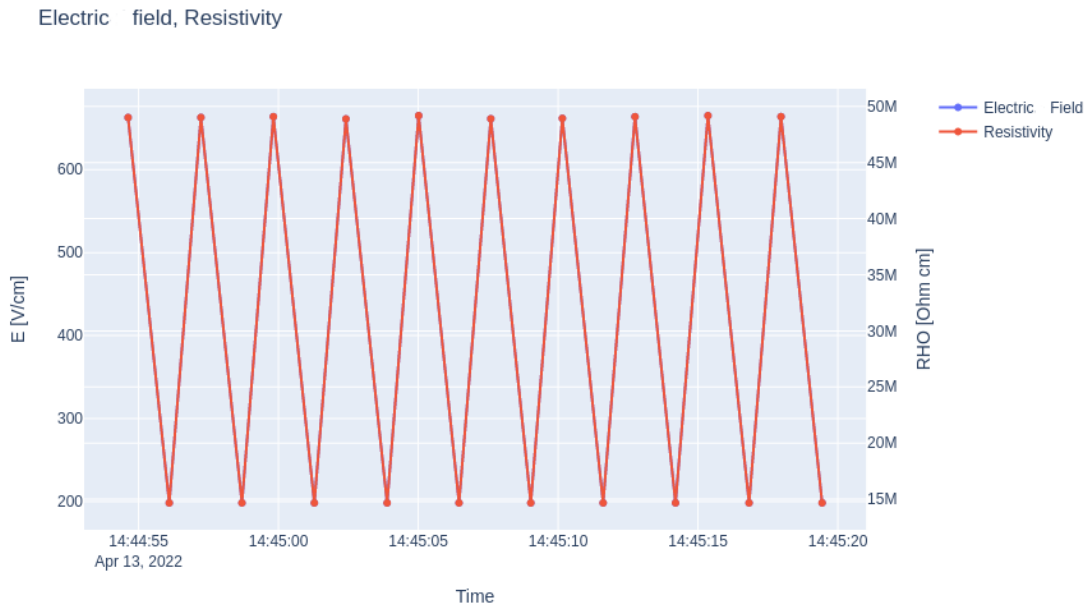
Esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_2e-7A-20220413144122 con corrente costante di **0.2uA**, non presenta oscillazioni del campo elettrico



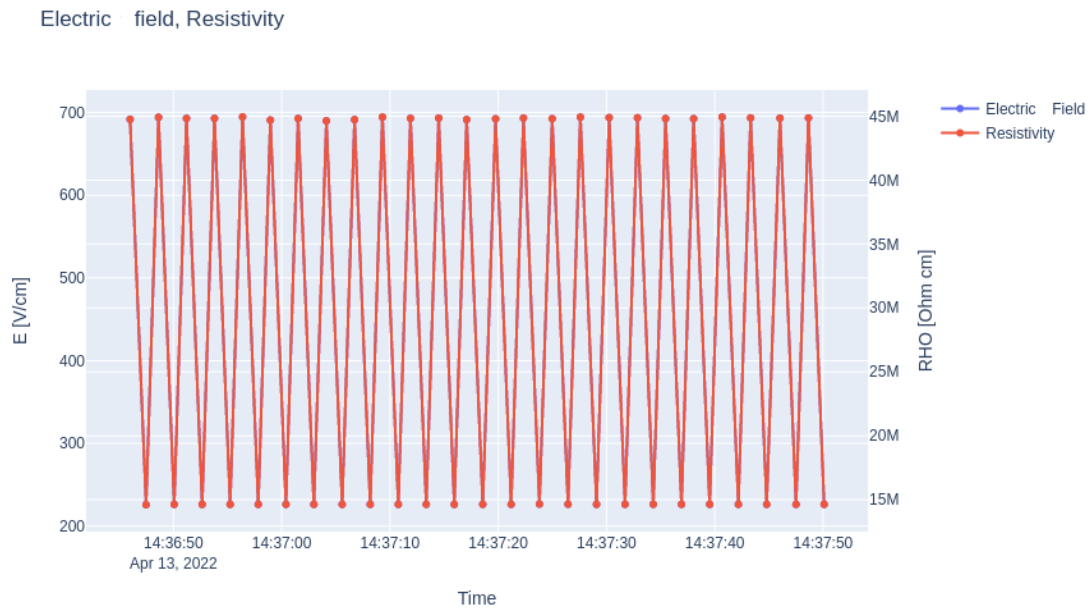
Presenza delle oscillazioni nell'esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_3e-7A-20220413144233 con corrente costante di **0.3uA**



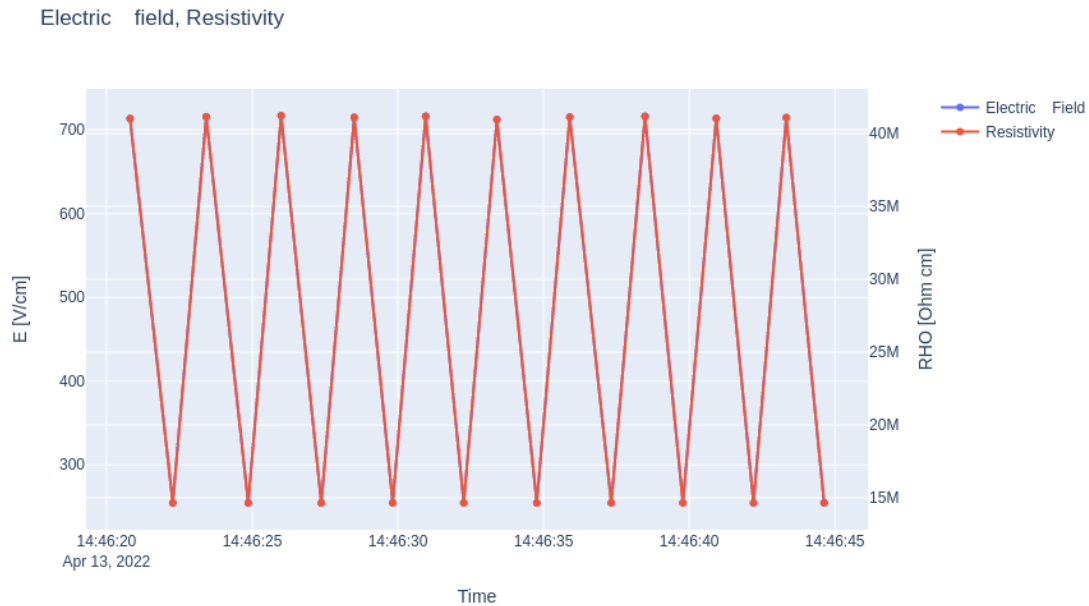
Presenza ancora delle oscillazioni nell'esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_3.5e-7A-20220413144545 con corrente costante di **0.35uA**



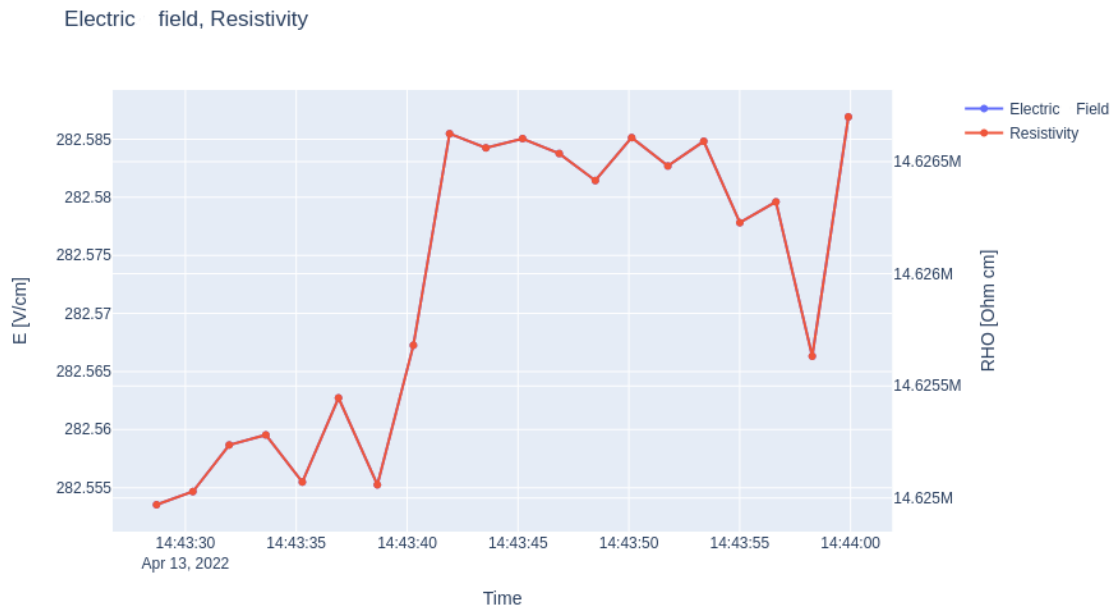
Presenza ancora delle oscillazioni nell'esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_4e-7A-20220413143802 con corrente costante di **0.4uA**



Presenza ancora delle oscillazioni nell'esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_4.5e-7A-20220413144649 con corrente costante di **0.45uA**

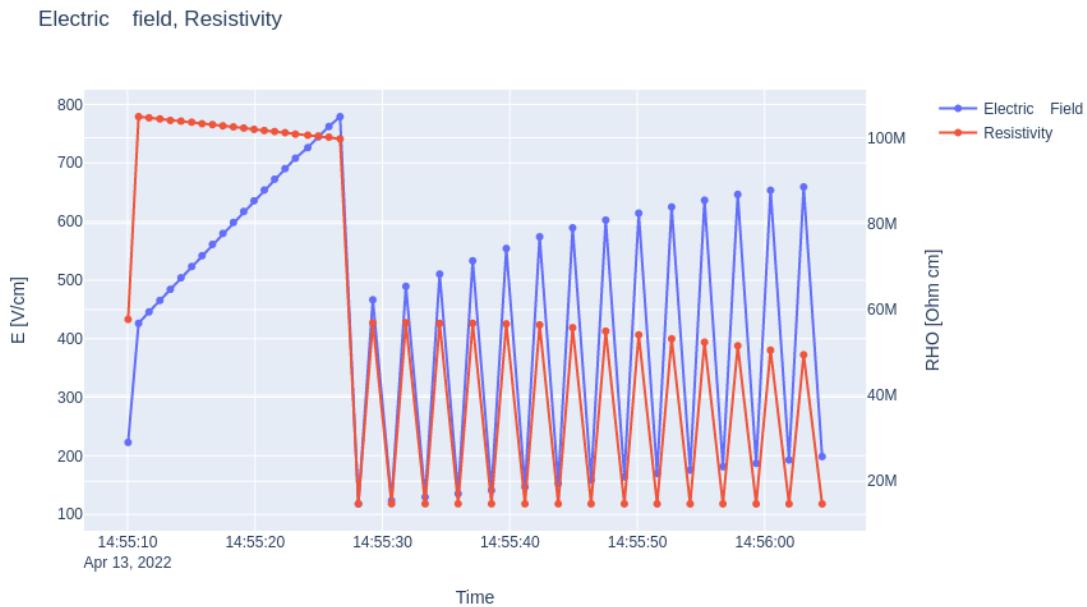


Asenza di oscillazioni nell'esperimento CA12X\_C5\_at\_fixed\_current\_5e-7A-20220413144412 con corrente costante di **0.5uA**



Si riscontra la stessa modalità di comportamento polarizzando con una rampa il campione nelle stesse condizioni di temperatura di **113°K**

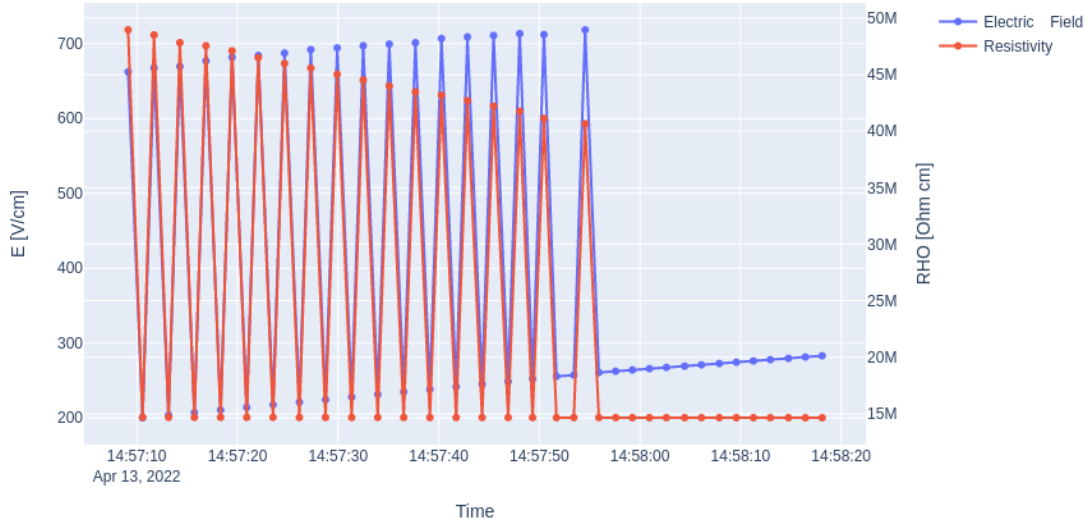
Esperimento CA12X\_C5\_current\_from\_1e-7\_to\_3.5e-7A-20220413145630 con rampa **0.1uA** -> **0.35uA**, avvio delle oscillazioni per corrente **>0.2uA**



Esperimento CA12X\_C5\_current\_from\_3.5e-7\_to\_5e-7A-20220413145837 con rampa **0.35uA** -> **> 0.5uA**, arresto delle oscillazioni per corrente **>0.45uA**



Electric field, Resistivity



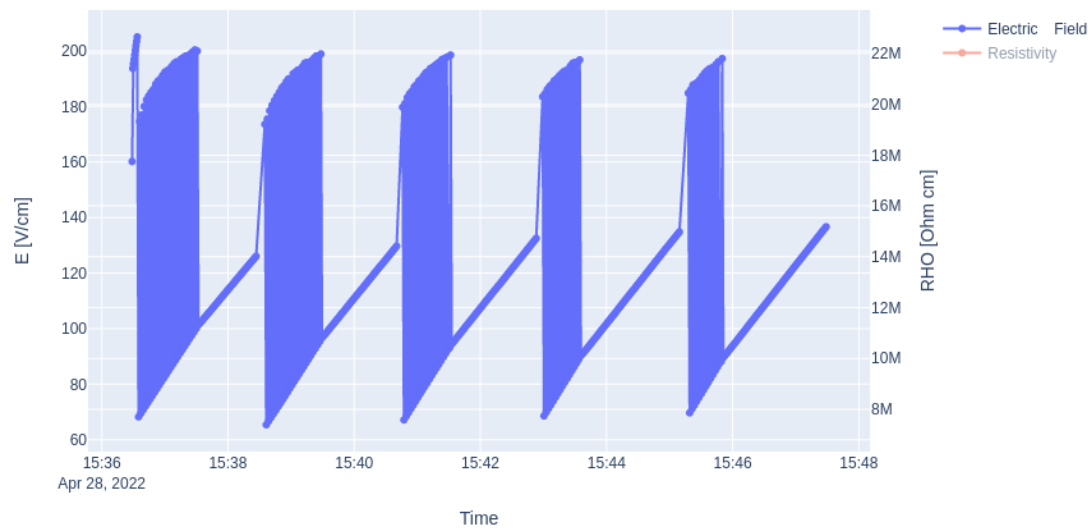
Si possono vedere i dettagli degli esperimenti citati nella sezione 2.

### 1.4.3 Finale inatteso

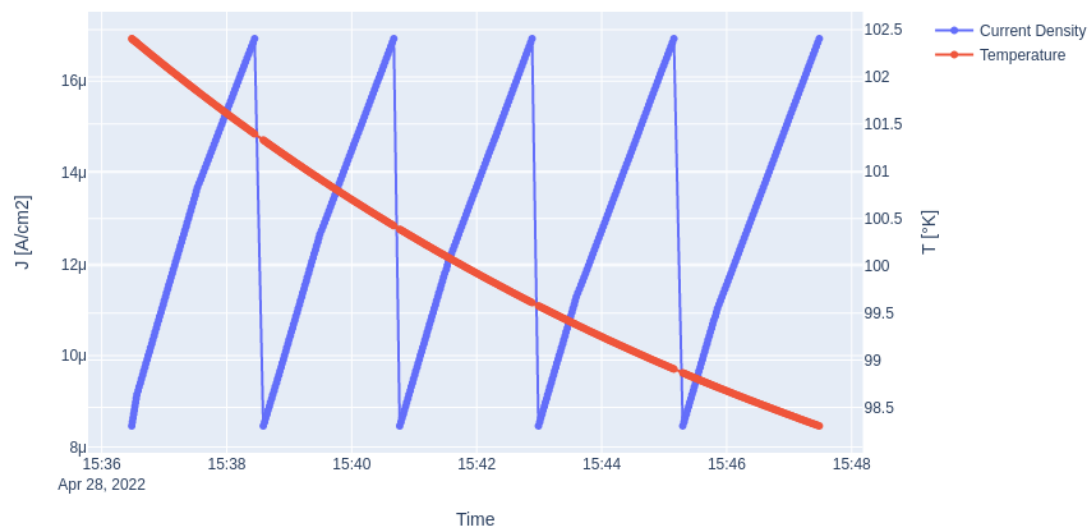
Osservando gli esperimenti dei paragrafi 1.3.1 e 1.3.2 relativi agli inneschi, si nota che al termine della fase oscillatoria il campo elettrico si assesta al valore più basso raggiunto durante questa fase, col segnale a rampa è evidente visivamente.

Un altro esempio con rampe di corrente ripetute relativo al campione **CA12X2\_C1** nell'esperimento CA12X2\_C1\_current\_from\_0.5e-6\_to\_1e-6A-20220428154754

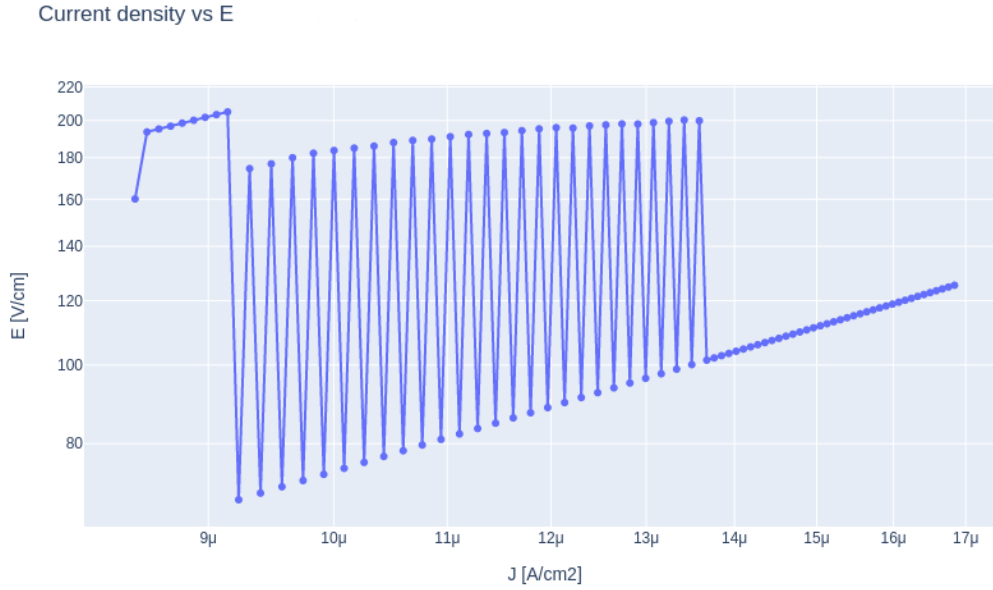
Electric field, Resistivity



Current Density, Temperature



Dettaglio delle oscillazioni della prima rampa



La fase oscillatoria introduce una discontinuità di comportamento tale da avere un campo elettrico inferiore a quello pre-oscillatorio sebbene le correnti siano maggiori.

#### 1.4.4 Stati Indipendenti

Nella sequenza degli esperimenti a corrente costante del paragrafo 1.3.2 il comportamento è equivalente alla rampa dello stesso paragrafo. Però, rispetto alla rampa, la sequenza degli incrementi di corrente non è stata applicata in ordine cronologico:

Ordine Cronologico	Corrente [ $\mu\text{A}$ ]	Campo [ $\text{V/cm}$ ]
2	0.1	408
3	0.2	768
4	0.3	osc. min 170, max 620
6	0.35	osc. min 198, max 663
1	0.4	osc. min 226, max 692
7	0.45	osc. min 255, max 716
5	0.5	283

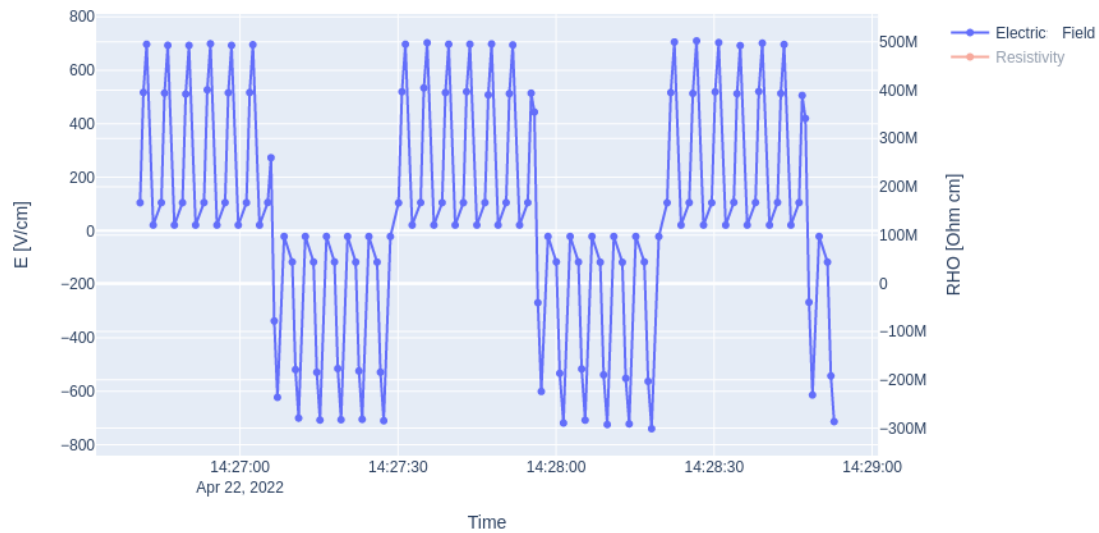
Il valore finale di  $0.5\mu\text{A}$  è applicato prima dei valori  $0.35\mu\text{A}$  e  $0.45\mu\text{A}$ . La risposta del cristallo appare quasi deterministica e non sembra dipendere dallo stato precedente.

#### 1.4.5 Simmetria e Specularità

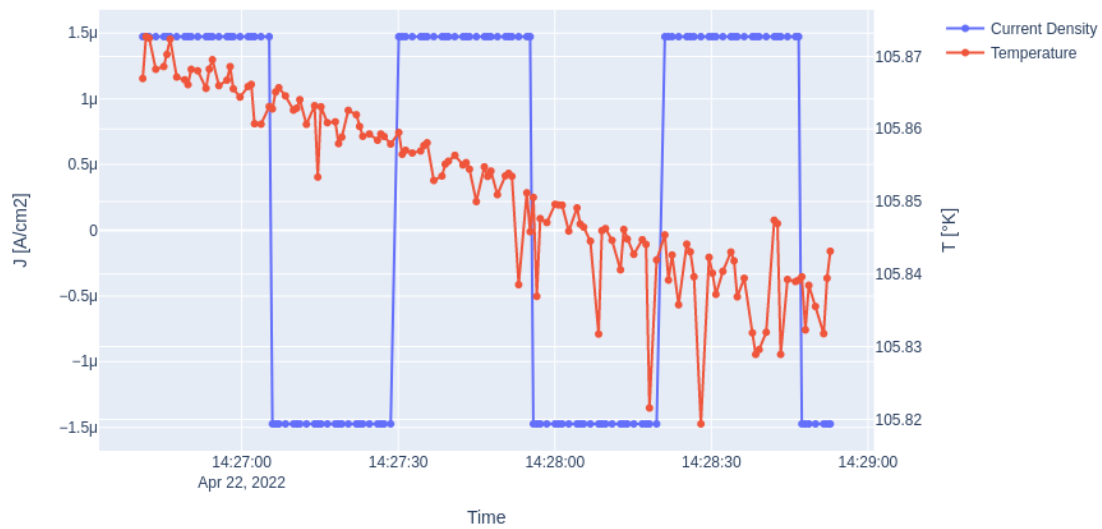
Esempi di esperimenti che evidenziano la caratteristica di specularità e di simmetria del fenomeno.

L'esperimento CA8\_01\_A\_square\_waveform\_value\_3.5e-08A-20220413144649 con sorgente di corrente a onda quadra simmetrica di  **$0.035\mu\text{A}$**  mostra questo comportamento:

Electric field, Resistivity



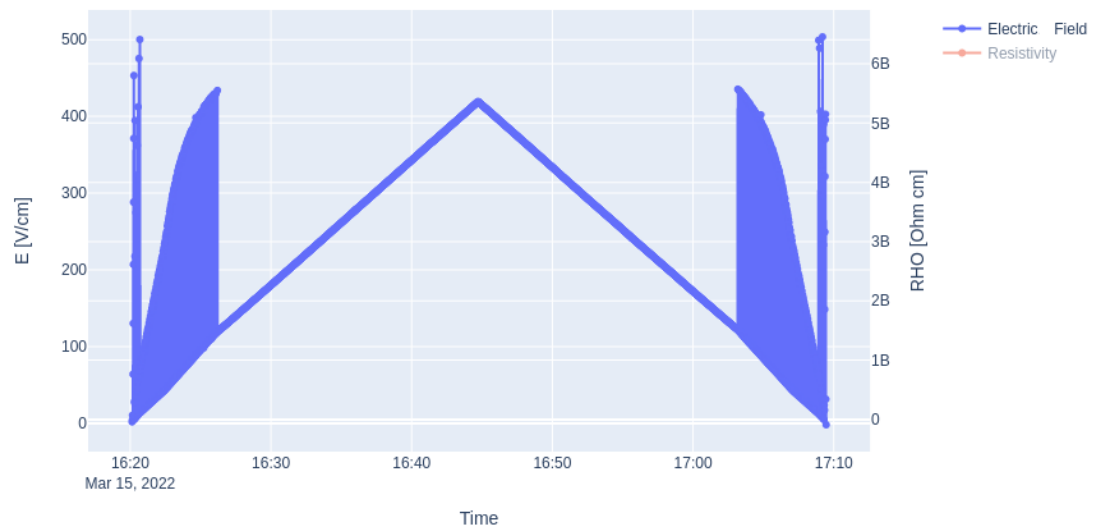
Current Density, Temperature



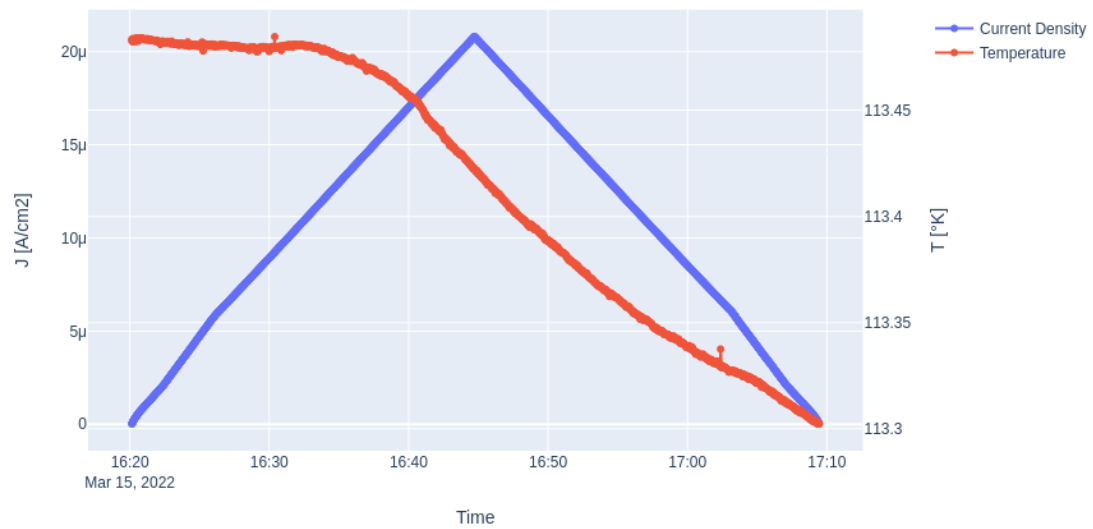
Gli esperimenti seguenti con forma d'onda triangolare mostrano caratteristiche di specularità:

Esperimento CA12X2\_current\_from\_1e-9\_to\_1000e-9A\_flipped-20220315170952

Electric field, Resistivity

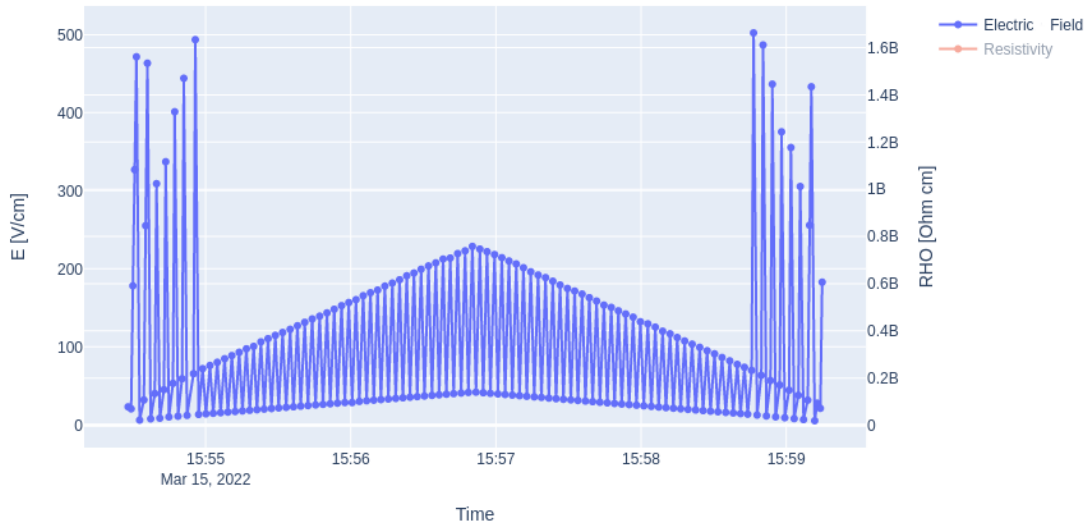


Current Density, Temperature

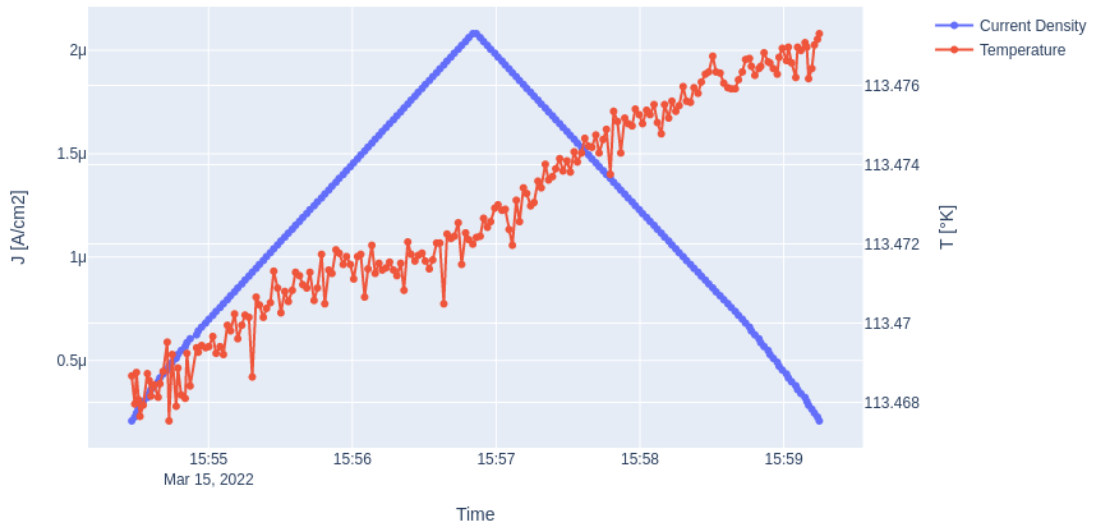


Esperimento CA12X2\_current\_from\_10e-9\_to\_100e-9A\_flipped-20220315155945

Electric field, Resistivity



Current Density, Temperature

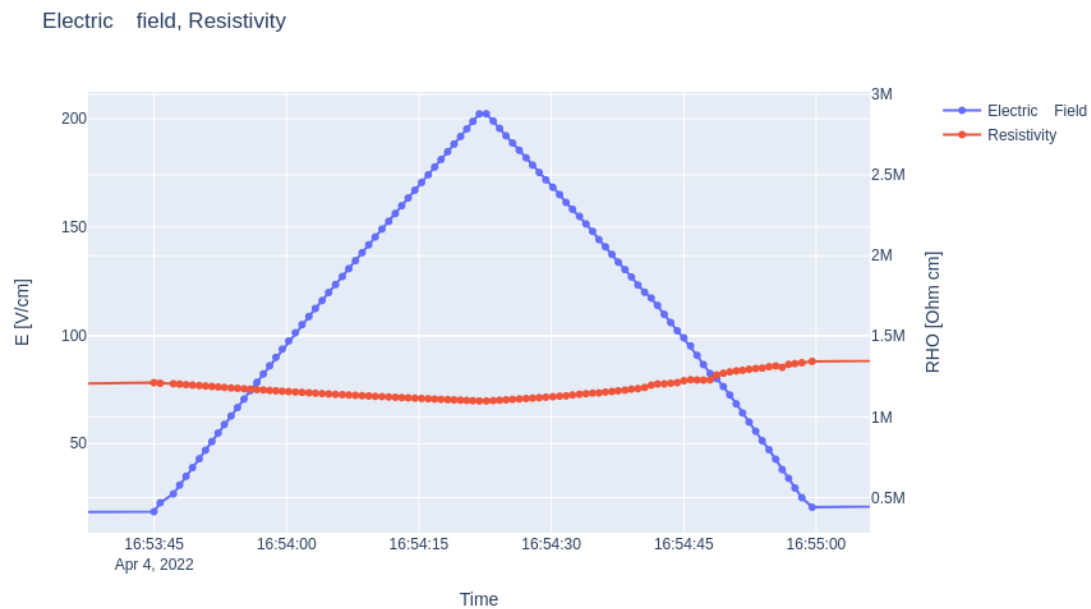


Questi andamenti sembrano confermare le deduzioni del paragrafo 1.3.4

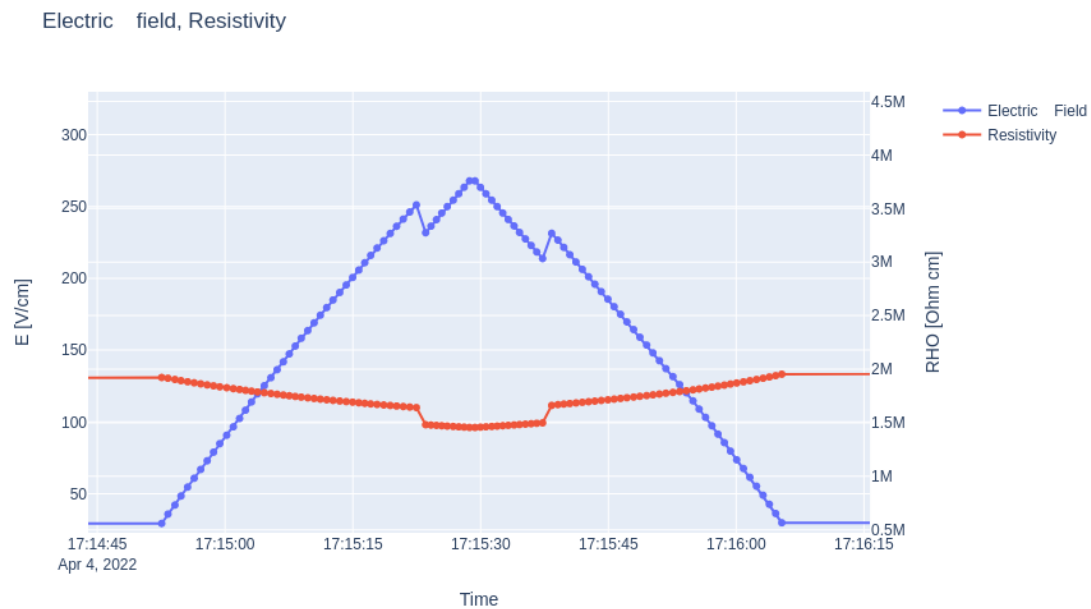
#### 1.4.6 Discontinuità

Quando non si innescano le oscillazioni appaiano dei salti, succede così per il campione **CA12X2\_C3** sottoposto a una sequenza di onde triangolari da **1uA** con picco a **12uA** a temperature decrescenti nell'esperimento CA12X2\_C3\_current\_from\_1e-6\_to\_12e-6A\_flipped-20220404182243:

Temperatura di **116°K**, nessun salto evidente

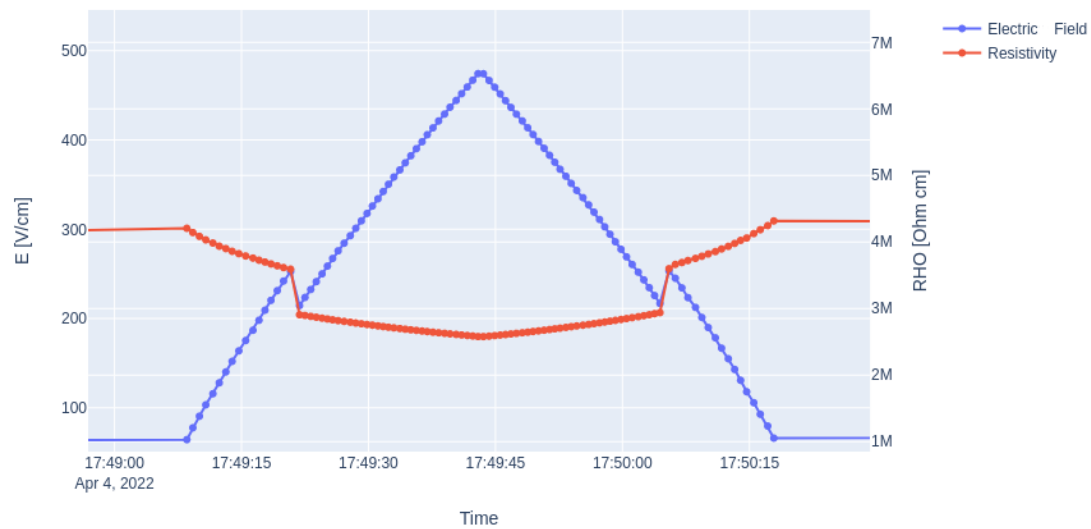


Temperatura di **109°K**



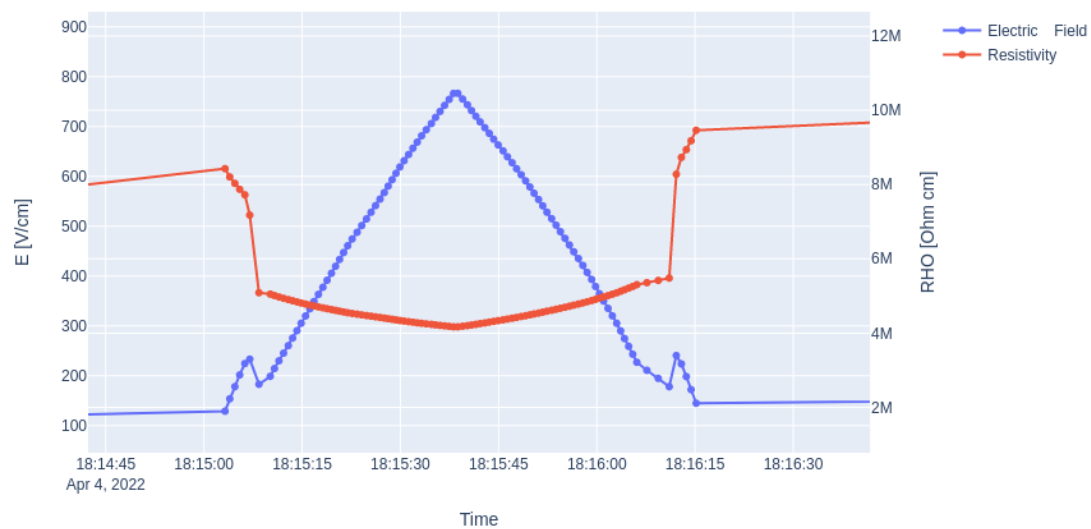
Temperatura di **92°K**

Electric field, Resistivity



Temperatura di **83°K**

Electric field, Resistivity

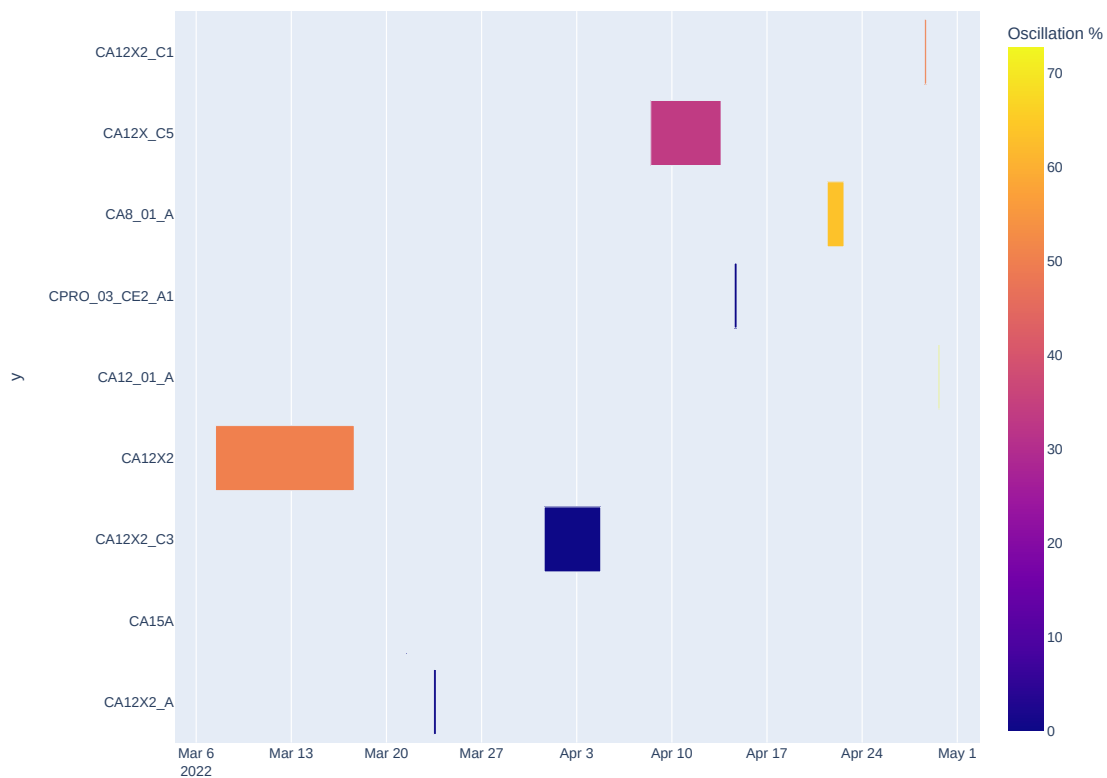


Allo scendere della temperatura i salti avvengono a correnti più basse come per gli inneschi delle oscillazioni



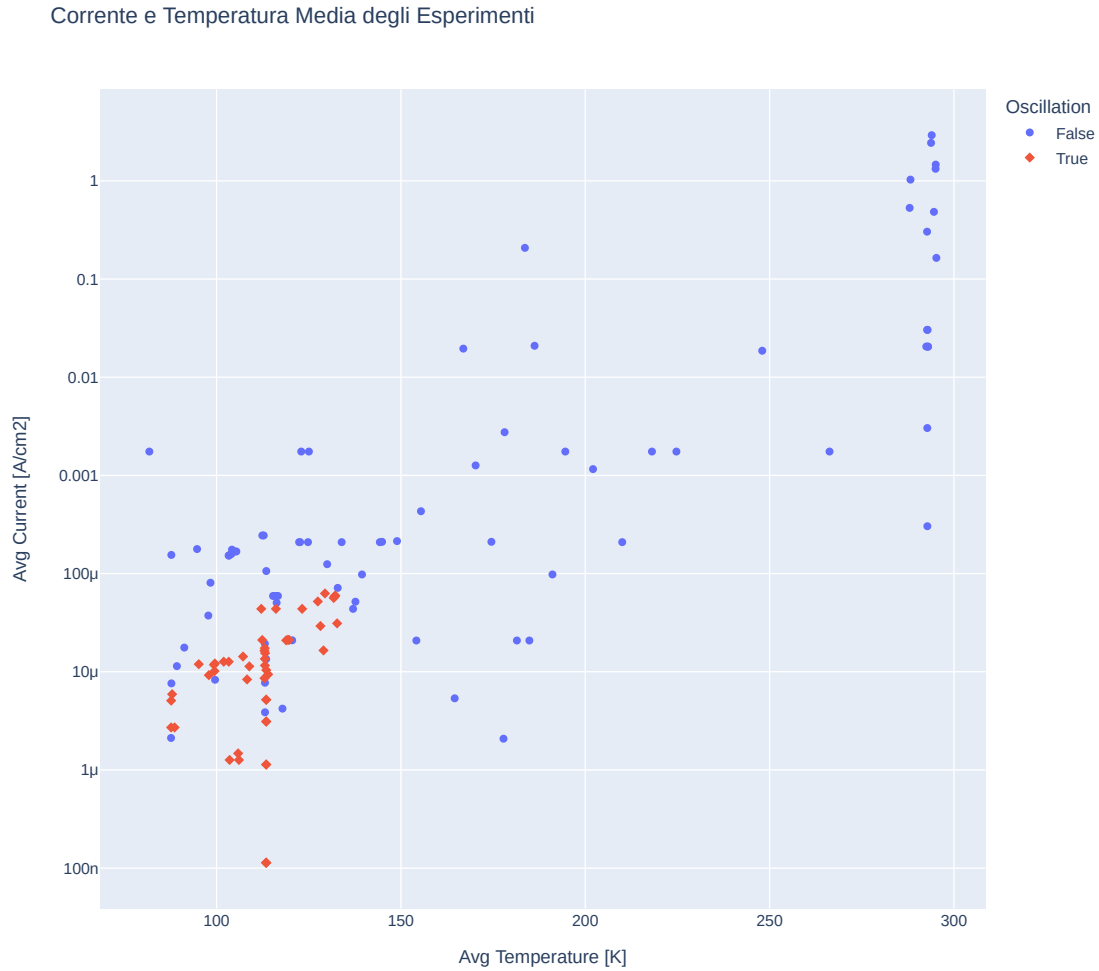
## 1.5 Cronologia degli esperimenti

Cronologia per campione con percentuale degli esperimenti con oscillazioni



Loading [MathJax]/extensions/MathMenu.js

## 1.6 Distribuzione degli esperimenti



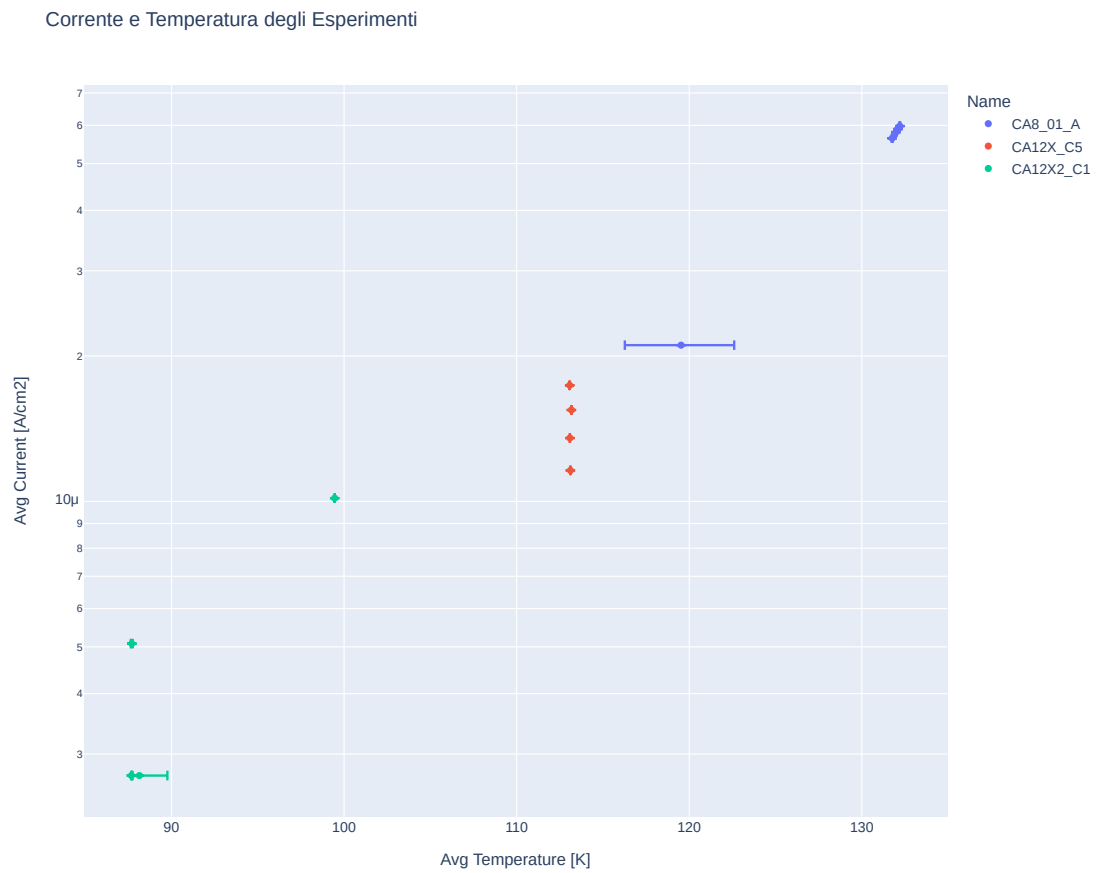
## 2 Esperimenti con Oscillazioni

Dettaglio degli esperimenti sui campioni che hanno presentato oscillazioni del campo elettrico.

## 3 Analisi delle Oscillazioni

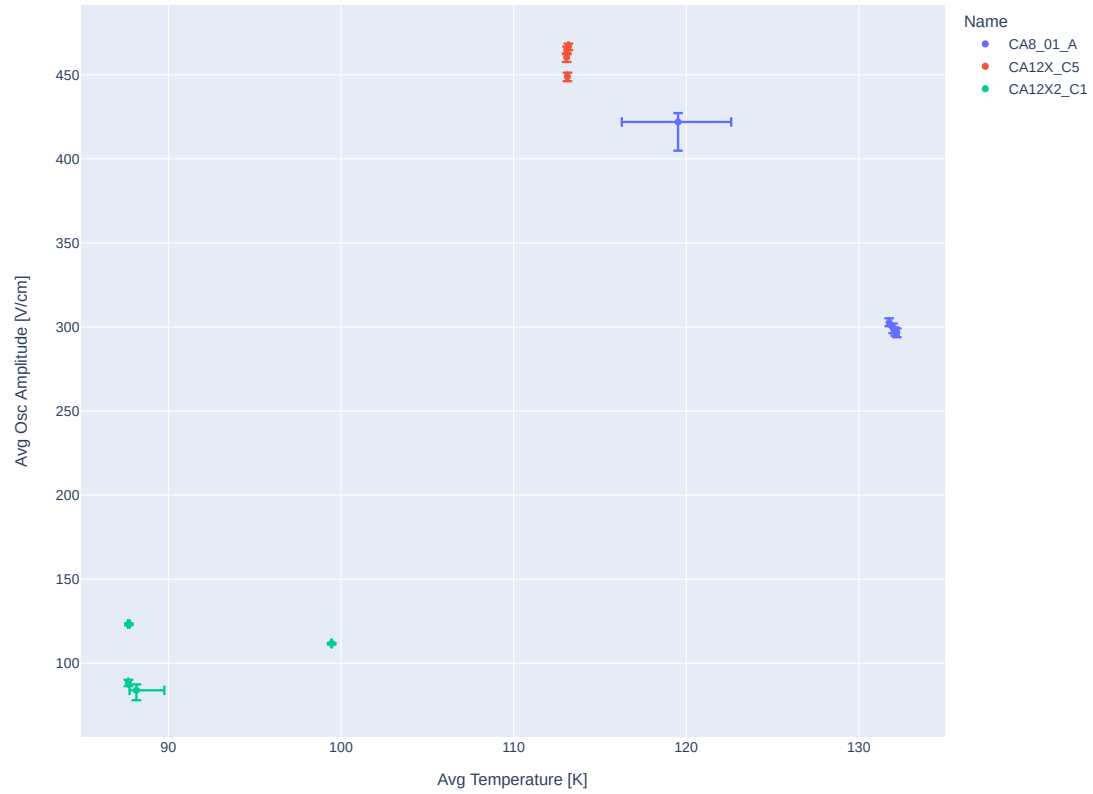
Analisi delle oscillazioni del campo elettrico riscontrate negli esperimenti confrontando ampiezza e periodo in funzione di temperatura e della sorgente di corrente.

### 3.1 Analisi degli Esperimenti a Corrente costante

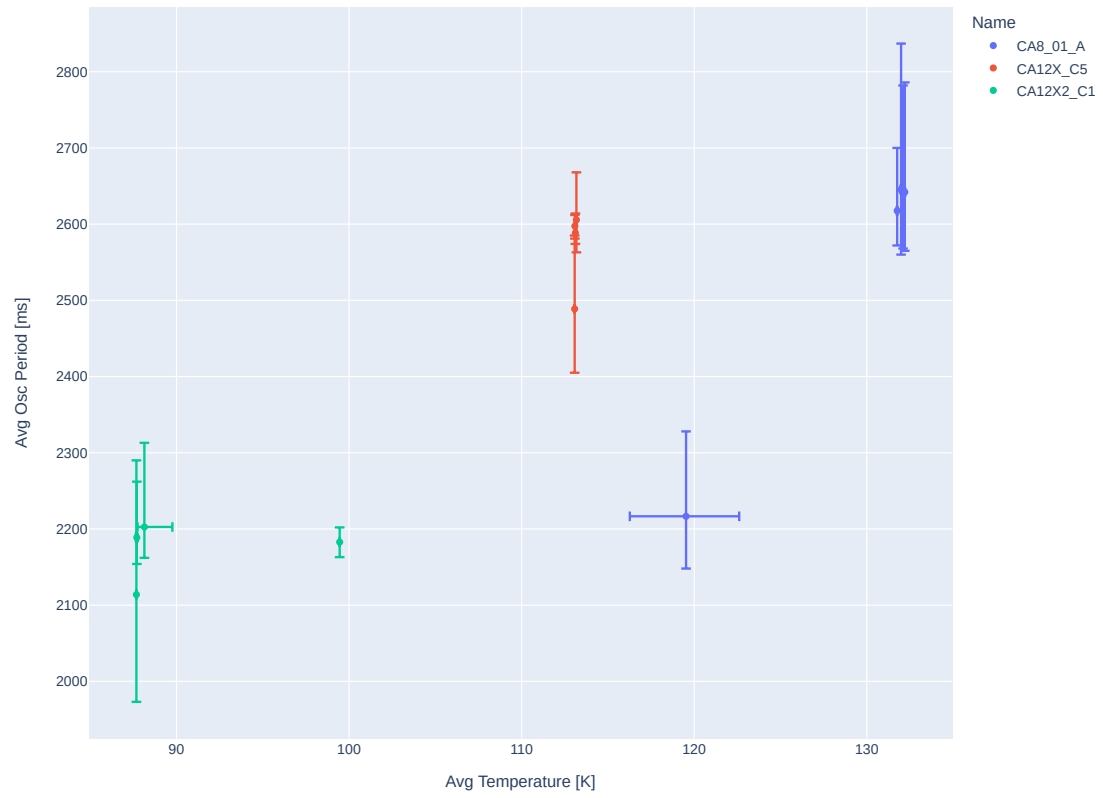


### 3.1.1 Oscillazioni in funzione della temperatura

Ampiezza delle oscillazioni in funzione della temperatura

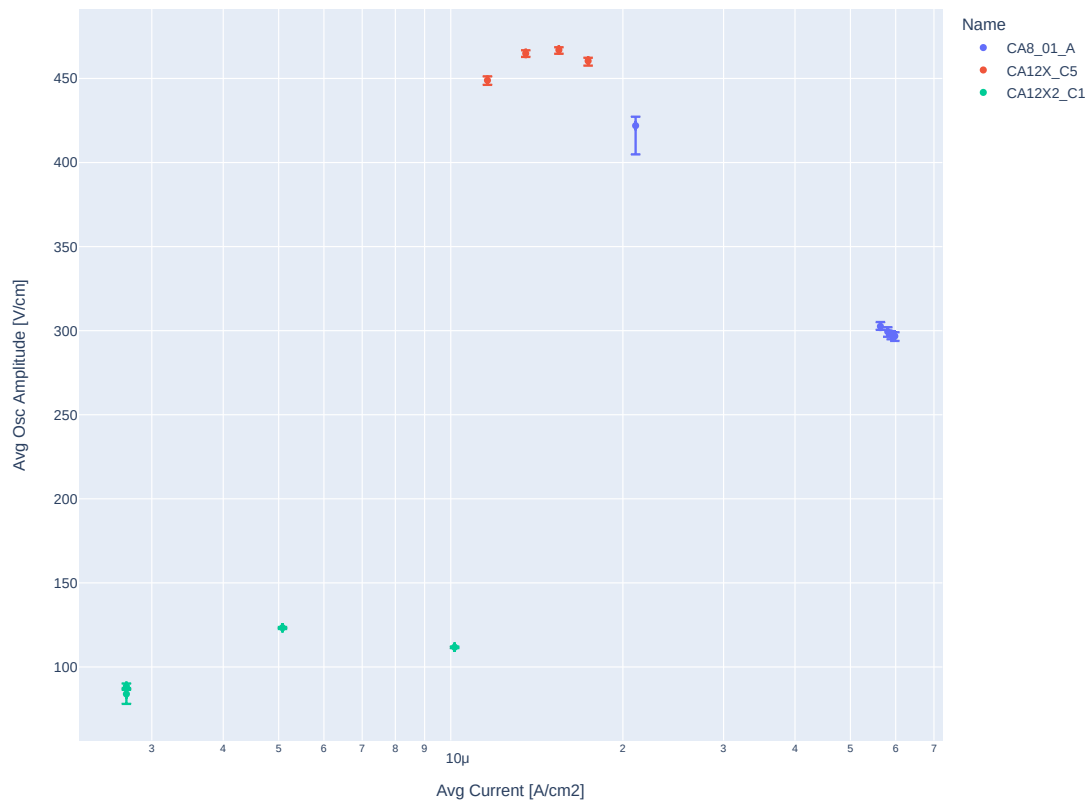


Periodo delle oscillazioni in funzione della temperatura

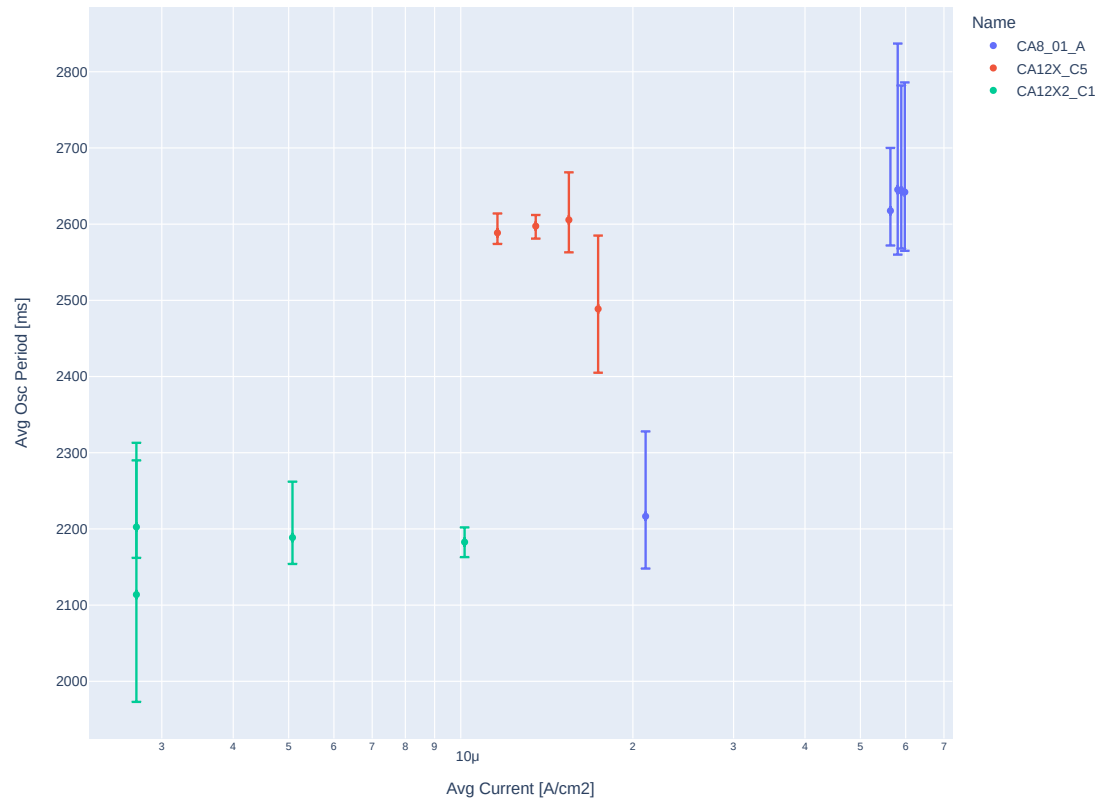


### 3.1.2 Oscillazioni in funzione della corrente

Ampiezza delle oscillazioni in funzione della corrente

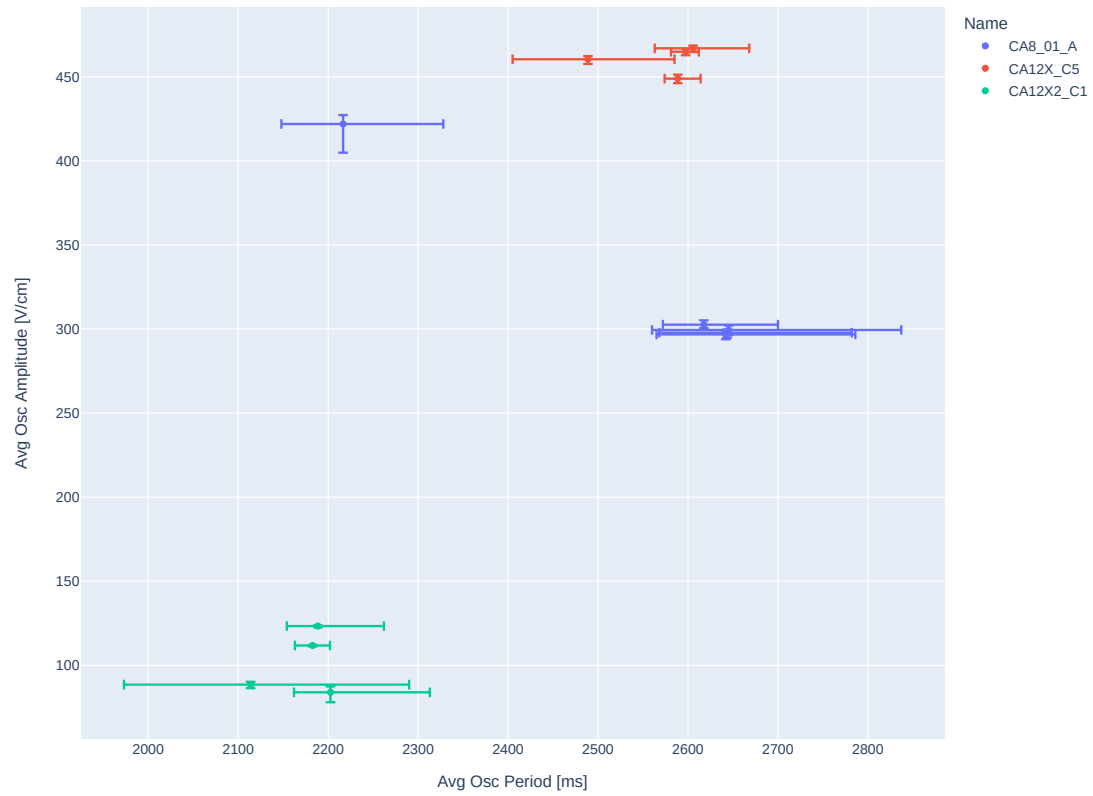


Periodo delle oscillazioni in funzione della corrente



### 3.1.3 Periodo vs Ampiezza

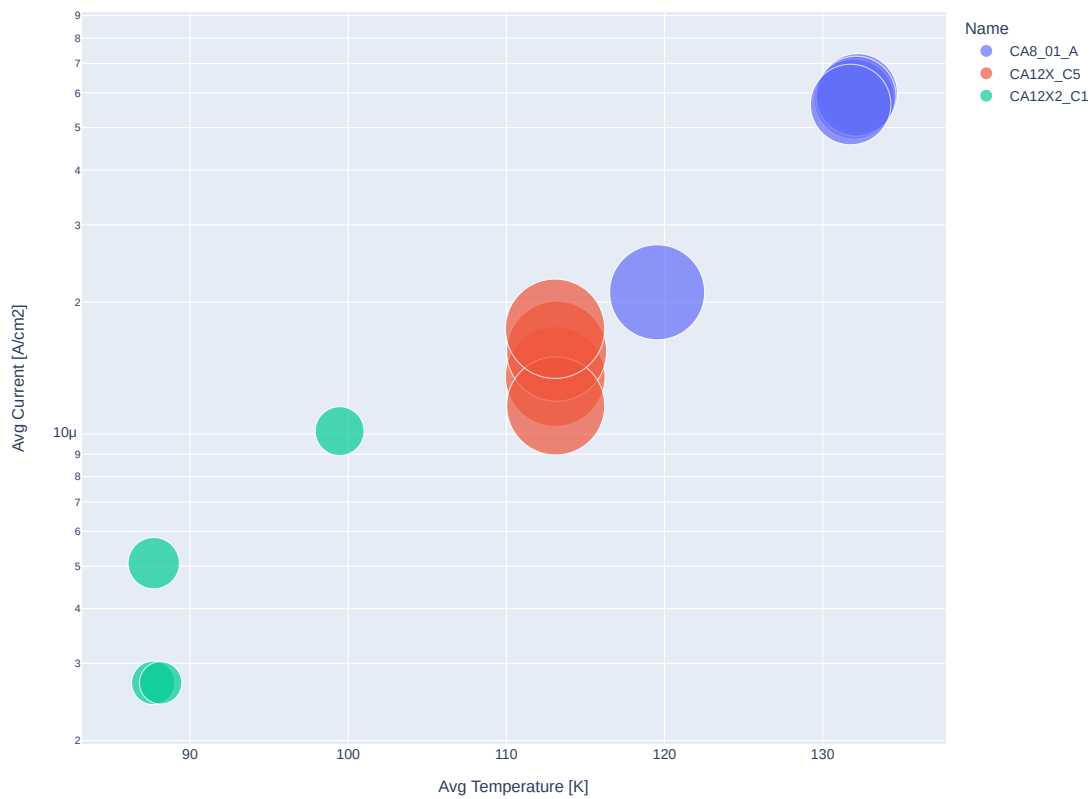
Confronto dell'ampiezza e del periodo



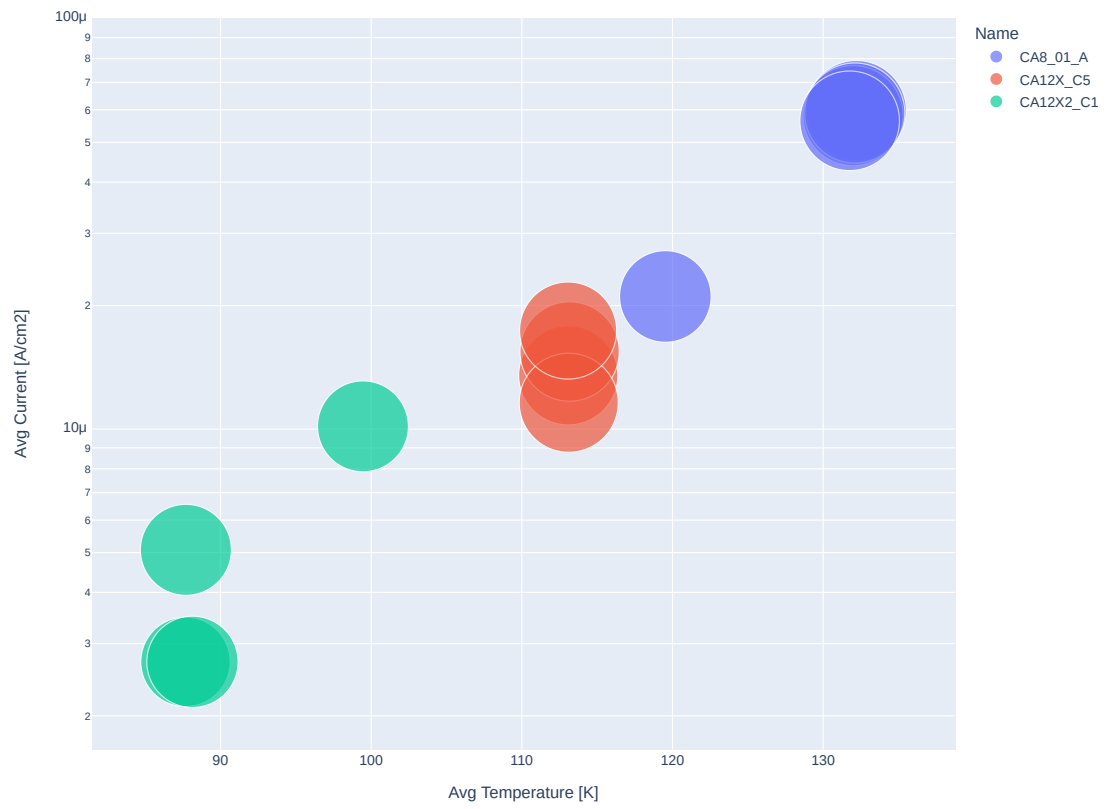


### 3.1.4 Distribuzione delle oscillazioni in funzione di corrente e temperatura

Distribuzione dell'Ampiezza in funzione di corrente e temperatura

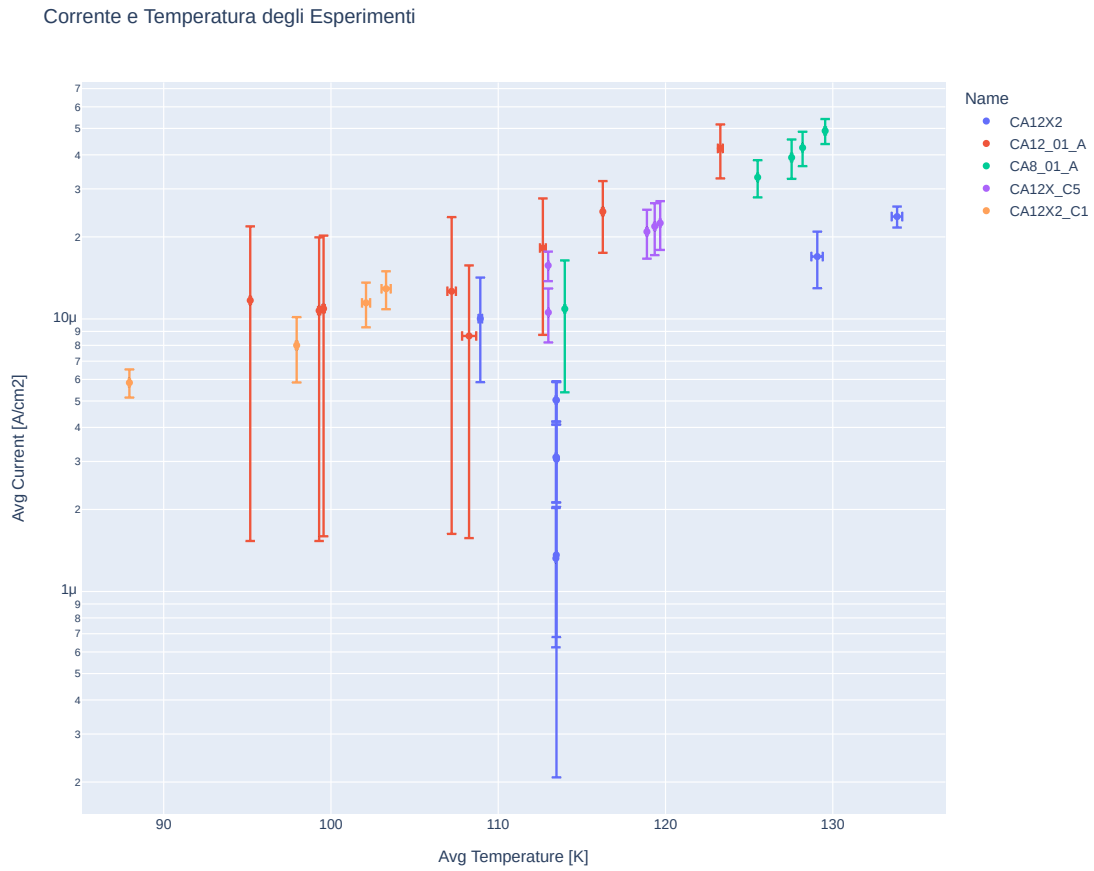


Distribuzione del Periodo in funzione della corrente e temperatura



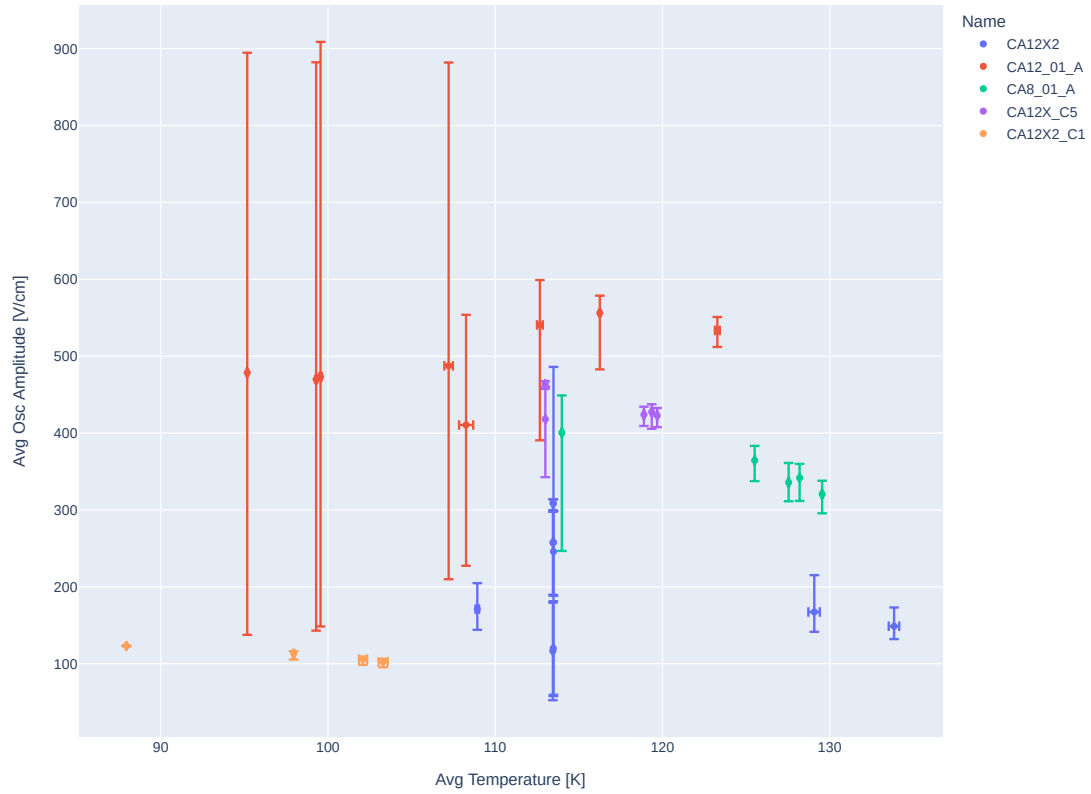
## 3.2 Analisi degli Esperimenti a Corrente variabile

### 3.2.1 Distribuzione degli esperimenti in funzione della temperatura e della corrente

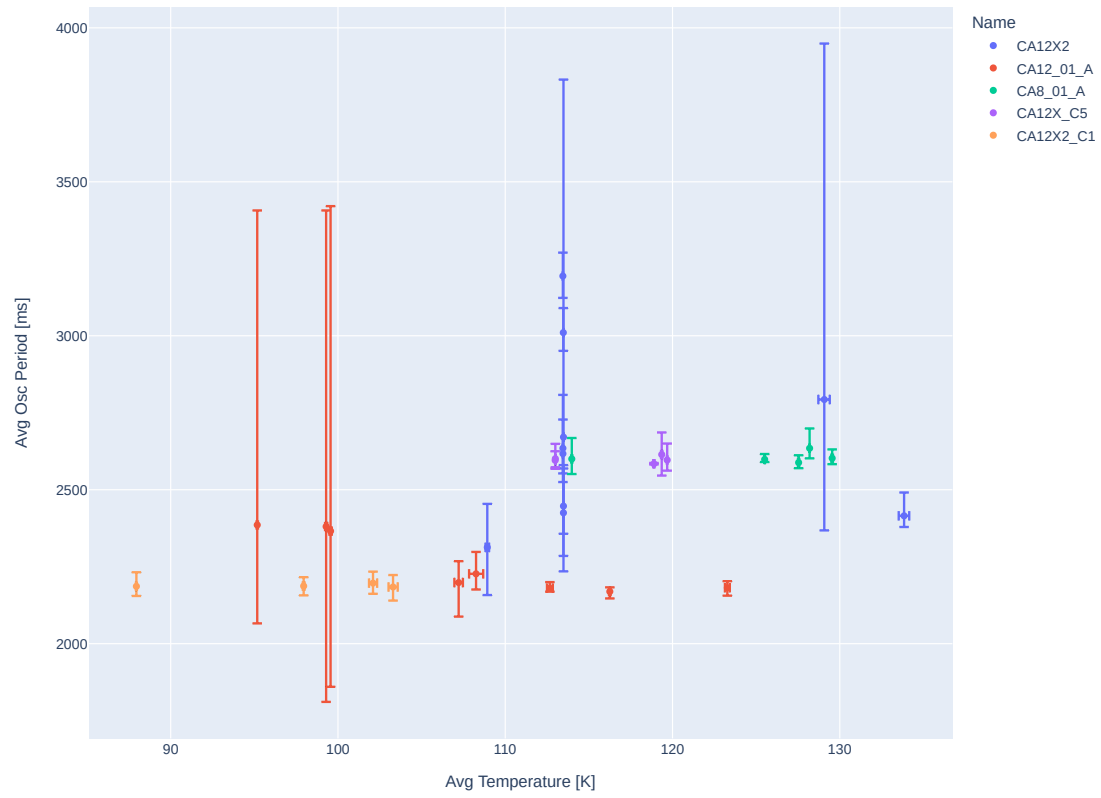


### 3.2.2 Oscillazioni in funzione della temperatura

Ampiezza delle oscillazioni in funzione della temperatura

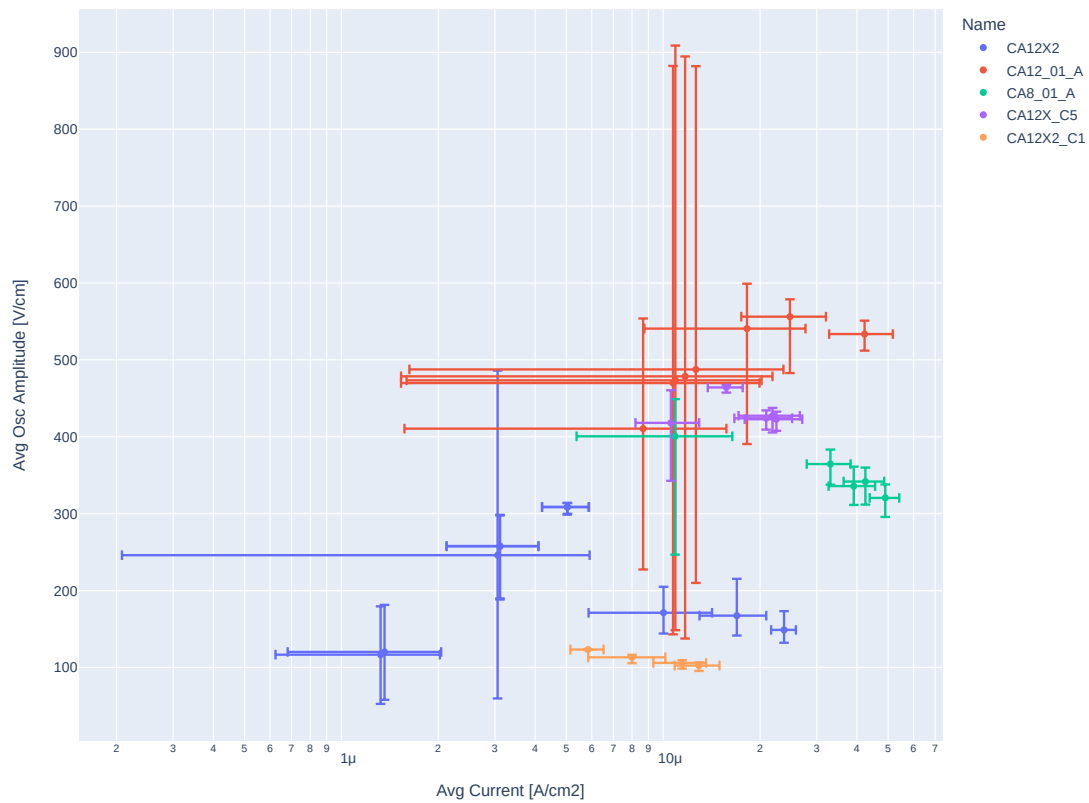


Periodo delle oscillazioni in funzione della temperatura

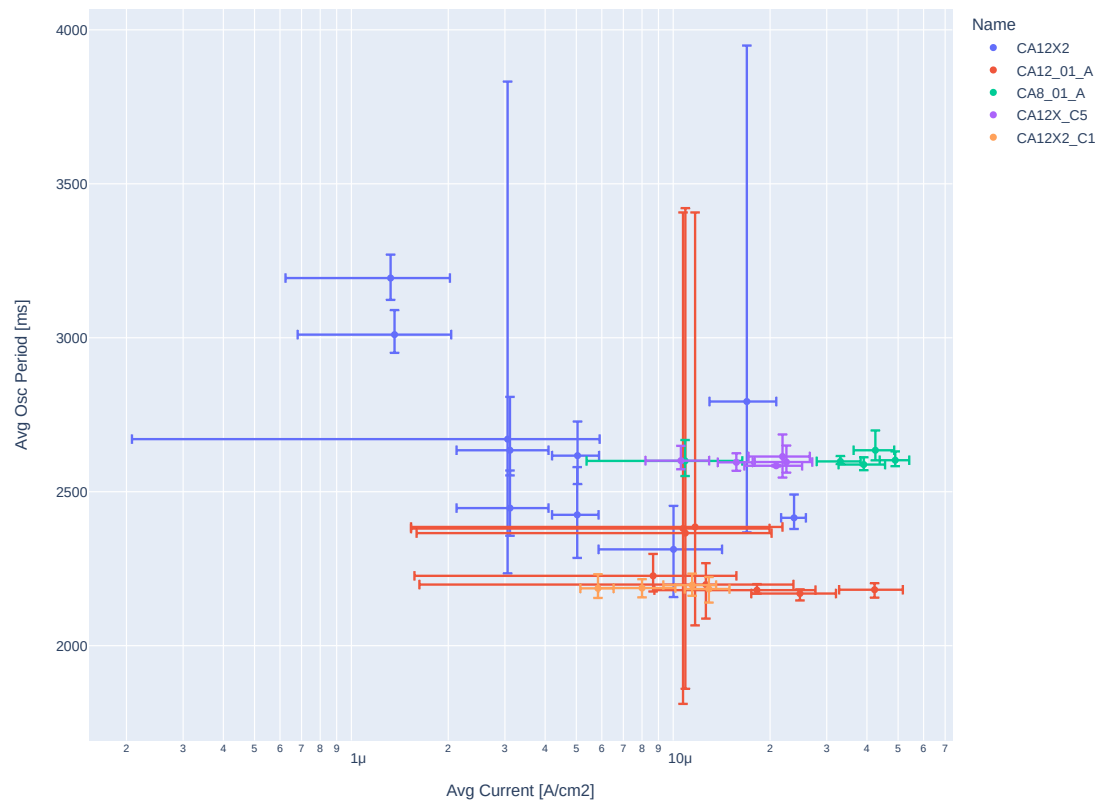


### 3.2.3 Oscillazioni in funzione della corrente

Ampiezza delle oscillazioni in funzione della corrente

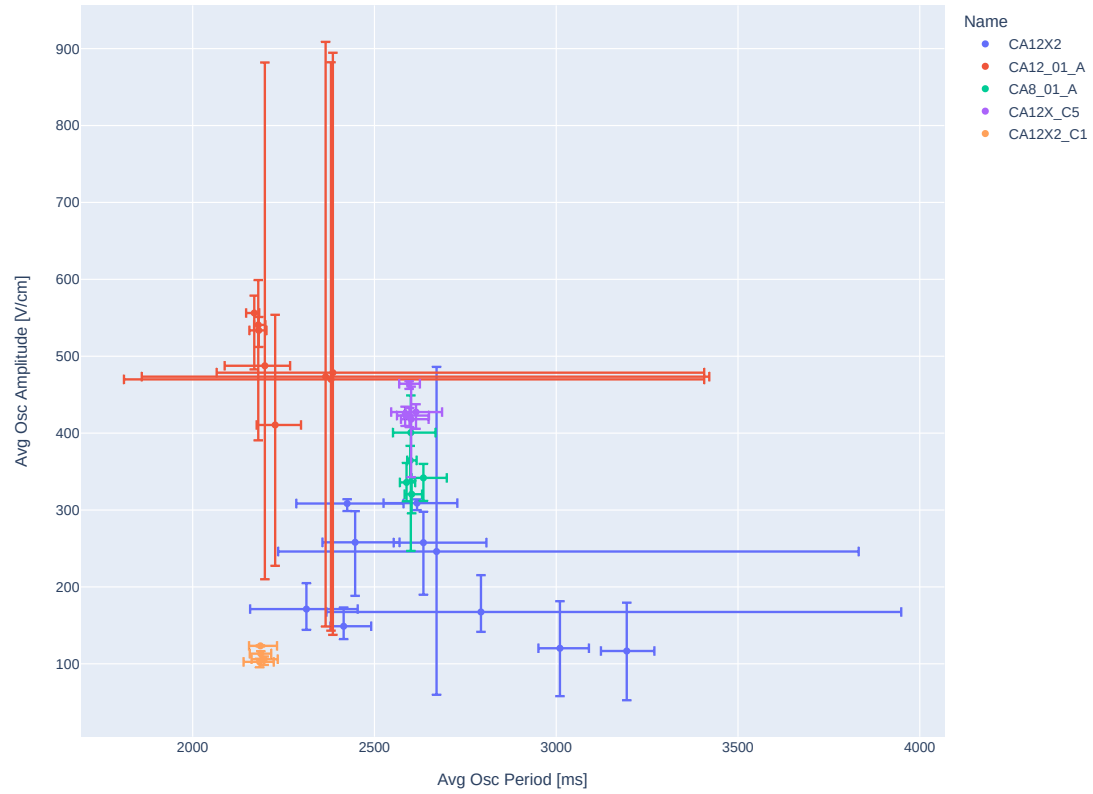


Periodo delle oscillazioni in funzione della corrente



### 3.2.4 Periodo vs Ampiezza

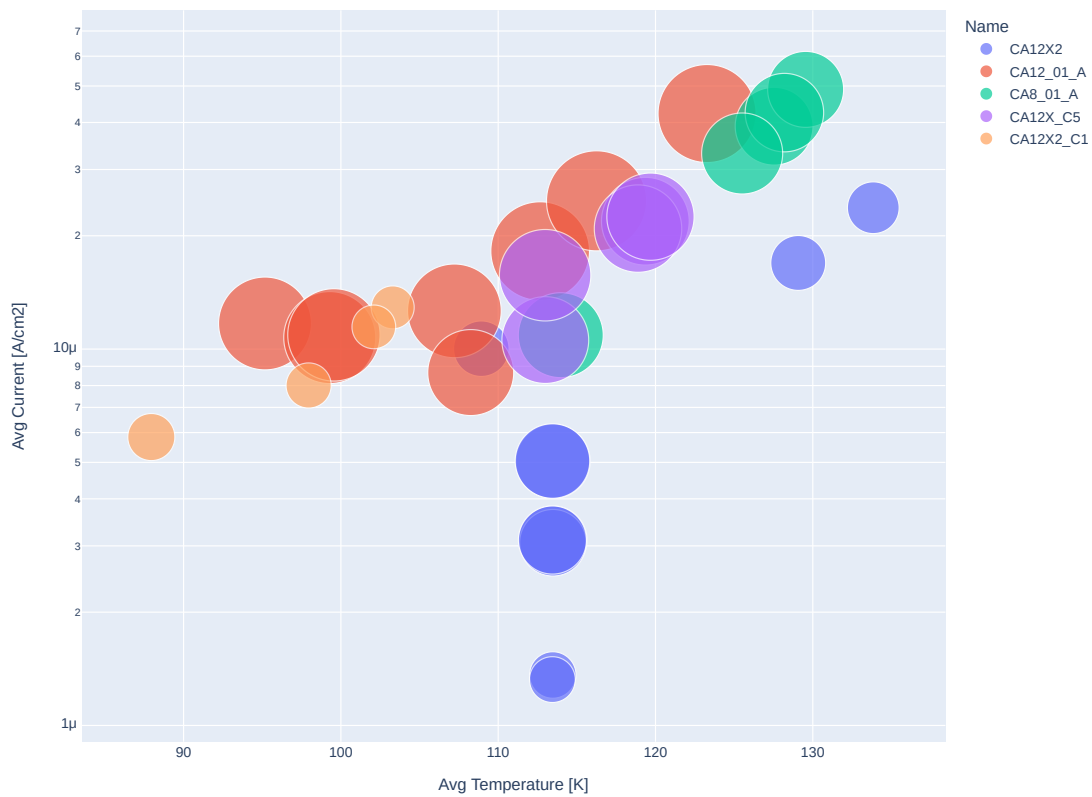
Confronto dell'ampiezza e del periodo



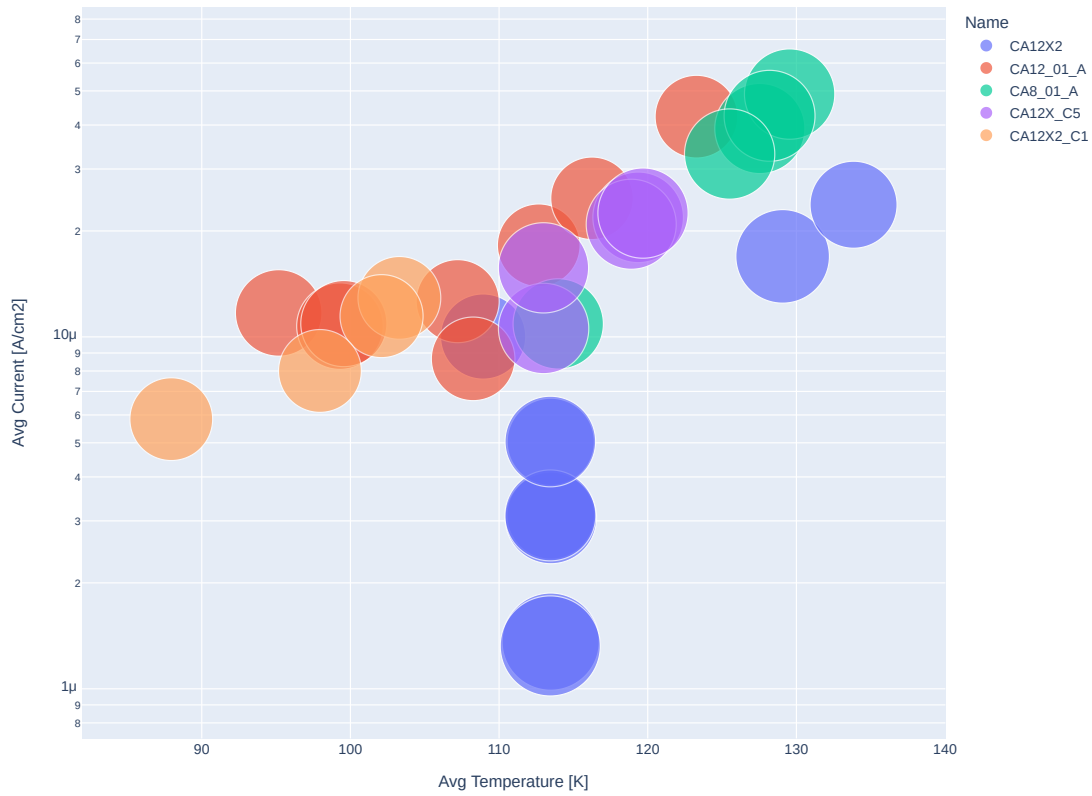


### 3.2.5 Distribuzione delle oscillazioni in funzione di corrente e temperatura

Distribuzione dell'Ampiezza in funzione di corrente e temperatura



Distribuzione del Periodo in funzione della corrente e temperatura



## 4 Correlazioni

Calcolo della matrice di correlazione delle grandezze di ciascun esperimento durante il fenomeno dell'oscillazione.

I valori rappresentati sono compresi tra -1 e 1. Il valore 1 indica la massima correlazione positiva, le grandezze crescono all'unisono; il valore -1 anch'esso è indice di una perfetta correlazione dove l'incremento dell'una corrisponde un decremento di pari misura dell'altra. Un valore assoluto maggiore di 0.6 è considerato un indice di buona correlazione.

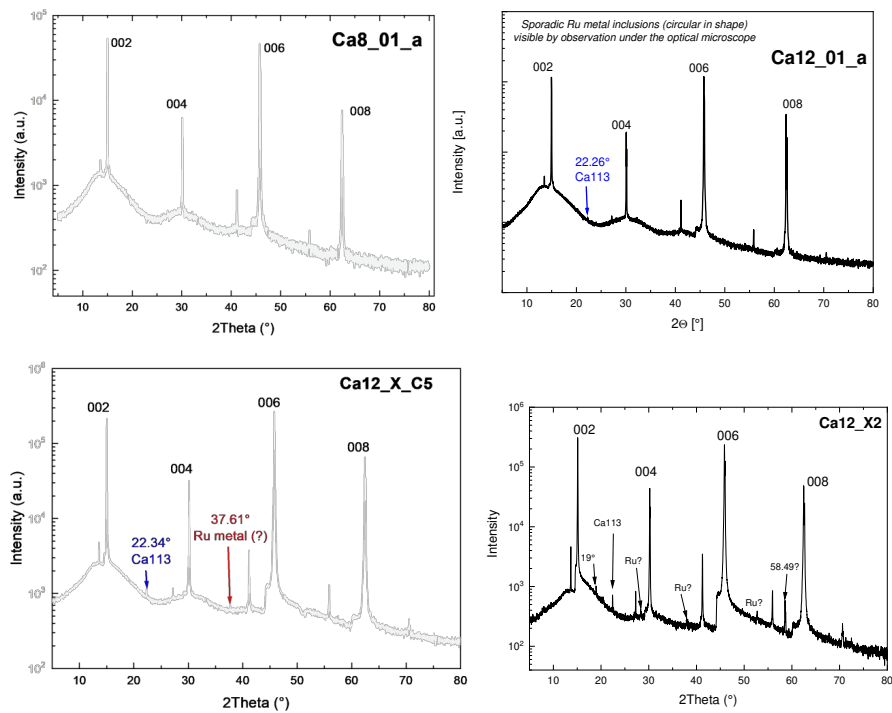
## 4.1 Esperimenti con corrente costante



## 4.2 Esperimenti con corrente variabile



## 5 Diffratogrammi a raggi X



Tra i campioni analizzati c'è una differenza dal punto di vista cristallino:

- Ca0\_01\_a è puro
- Ca12\_01\_a ha qualche inclusione di Ru metallico, visibile al microscopio ottico ma non ai raggi X
- Ca12\_X\_c5 ha probabilmente una percentuale leggermente più alta di inclusioni e un po' di fase CaRuO3
- Ca12\_x2 ha più rutenio degli altri, CaRuO3 e anche Ca3Ru2O7 (?).

