
内部资料

妥善保管

松山湖材料实验室

铁电分析仪实验指南

松山湖材料实验室公共技术平台 编写

铁电分析仪实验指南

一、范围

本指南规定了铁电分析仪的基本原理、测试参数、测试步骤、数据处理、安全维护等。

本指南适用于松山湖材料实验室>公共技术平台>材料制备与表征平台>磁性材料与器件表征平台的铁电分析仪用于铁电薄膜及块体材料的极化强度，介电性能等参数的设备。该仪器可以产生稳定的外加电场，并配置了高精度的电高压放大器。可以测量动态电滞回线、静态电滞回线、漏电流、损耗角、介电常数等物理量，本版本为仪器操作手册的第二版，以后操作手册会陆续更新迭代。

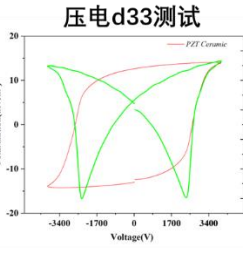
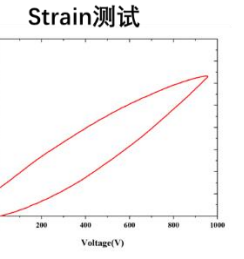
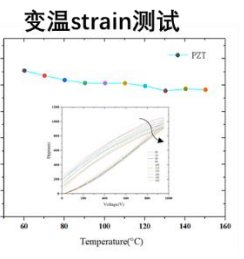
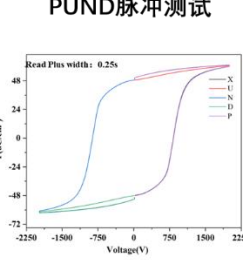
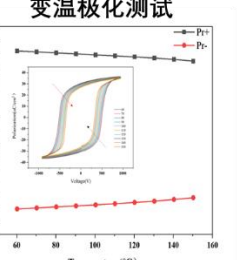
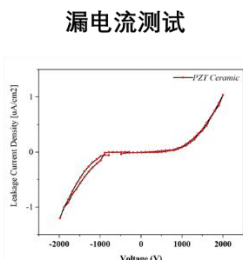
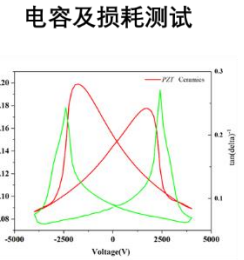
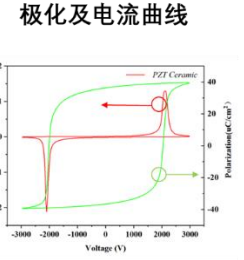
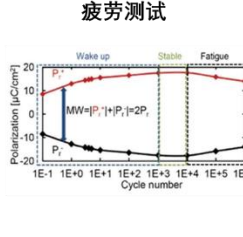
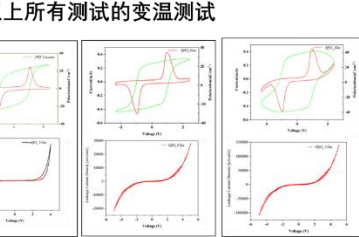
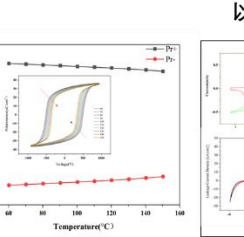
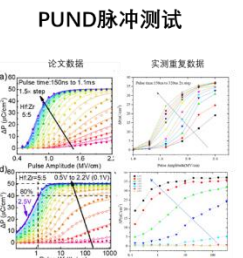
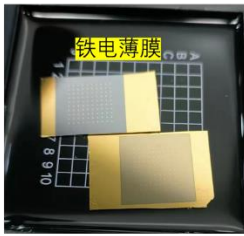
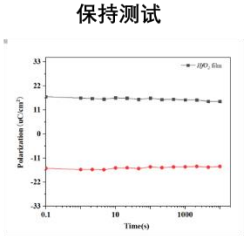
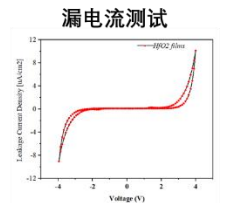
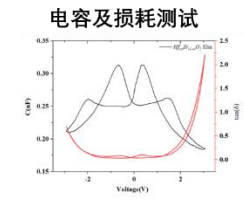
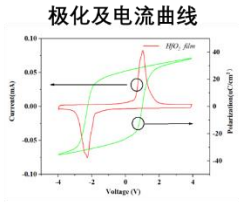
二、基本原理

2.1 铁电材料简介

铁电性是指在一定温度范围内材料具有自发极化，并且在外加电场作用下能够诱导极化翻转的特性。晶体的铁电性发现距今正好一个世纪，对全世界都产生了巨大影响。以钛酸钡（BT）、钛酸铅（PT）、锆钛酸铅（PZT）、钛酸铋钡（BST）、铌镁酸铅-钛酸铅（PMN-PT）等为代表的铁电材料由于其独特的力、电、热、光、声和化学等性能以及它们之间相互耦合或转换的功能（介电/压电/热释电/扰曲电效应、线性/非线性/光伏/光催化/光激发效应、声子重整化效应等），广泛应用于从日常生活到尖端科技的多个领域。

在各个应用领域已经发挥着不可替代作用的铁电材料在研究上依然活跃。特别是在航空航天、核能发电等重大装备技术领域，作为高温传感/驱动/能量收集器件的敏感材料。

铁电分析仪主要是一个用于表征铁电材料极化特性的的设备。其中电滞回线是其分析测试的主要数据体现。



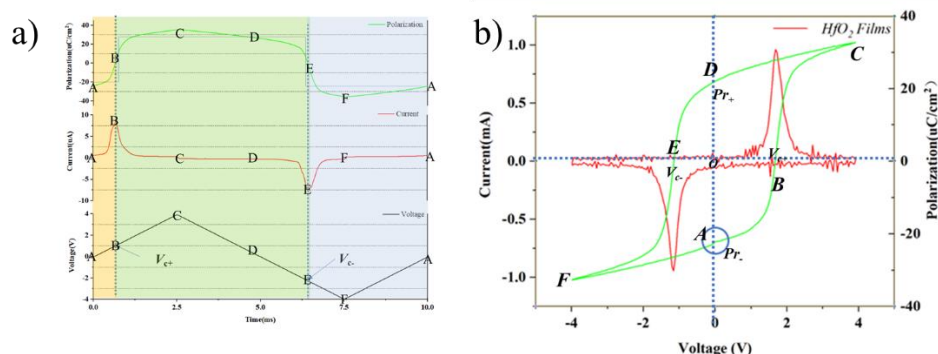
2.2 电滞回线

2.2.1 铁电材料电滞回线:

铁电回线是表征铁电材料极化强度随着电场变化的曲线。如下图所示，a 图为一个周期内的电压、电流、极化变化。B 图常规的铁电极化电滞回线（绿色）以及电流回线（红色）。

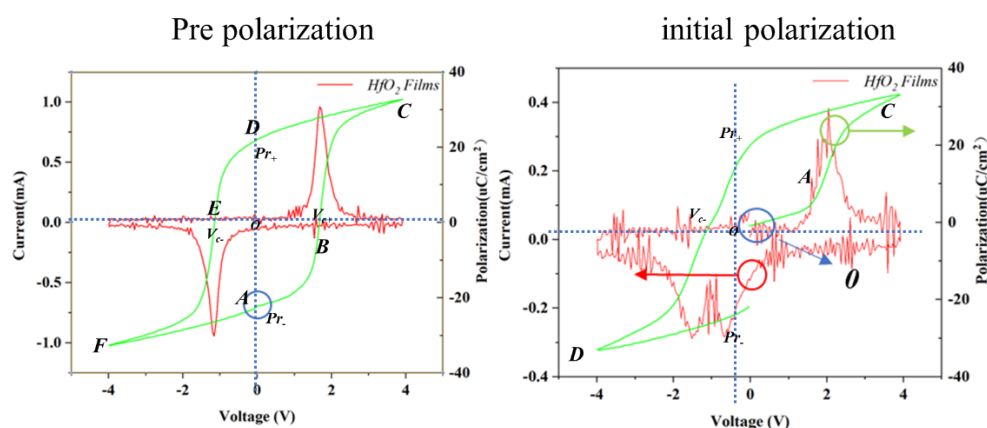
如图(a)所示，在测试过程中，仪器对外输出的是周期性的三角波：0—— V_{max} (4V) —— V_{min} (-4V) ——0，周期为 100Hz，总共为 10ms。测试前，会预极化处理，将初始极化到负极化方向，即 b 图中的 A 点，测试完成一个周期以后，最终回到 A 点，由此形成了电滞回线。

A-B 段：电压从 0 增加到 $V_c(+)$ 时，极化发生快速翻转，由 (P_{pr+}) 降到 0。这个过程中极化翻转电流逐渐增大，并在 B 点时，电流达到最大 (I_{peak+})。B-C 段：电压继续增大，极化强度 P 沿曲线 BC 缓慢变化并趋于饱和。极化电流也随之减小，趋近于零。其中，B 为极化翻转到零的点，称为矫顽场 ($V_c(+)$)。C 点对应着最大极化强度 (P_{rmax+})。C-D 段：随着电压减小，极化 P 不会沿原来的曲线变化，当电压为零时，极化仍然能保持一个极化量，称为剩余极化强度 (P_{pr+})。在这个过程中，没有极化翻转，所以电流是趋于零的。D-E 段：此时已经开始施加反向的电压了，当电压从 0 反向增加到 $V_c(-)$ 时，极化减小为 0，此时的电场强度称为矫顽电场 $V_c(-)$ ，并且伴随着反向放电，到 E 电时，电流达到最大 (I_{peak-})。E-F 段：继续增大反向电场，极化反向并增大至趋于饱和到 F 点。F-A 段：电压降到零时又回到了起点 A。称为剩余极化强度 P_{pr-} 。



上图展示的经过预极化处理的样品电滞回线，其极化的起点是 A ($pr-$)，但对于一个新鲜的未被极化的铁电样品，极化的方向是随机的 (0 点)，在电场作用下，这些畴逐渐向电场方向转动，宏观极化增强。所以，起点是从零开始的。这

种从零开始的电滞回线称为初始电滞回线，故而在很多电滞回线图中会将两个图整合成一个。



2.2.2 反铁电材料电滞回线:

双电滞回线是反铁电材料重要的宏观特征，标准的反铁电曲线如下图中的 C 所示。但是在大多数体系中，铁电和反铁相是互存的，并不能完全表现为反铁电性。例如，在 $\text{Hf}(x)\text{Zr}(1-x)\text{O}_2$ 体系中，通过调节 Zr 的比例可以实现从铁电到反铁电的转变。下图 B 给出了反铁电材料 $\text{Hf}(x)\text{Zr}(1-x)\text{O}_2$ 的双电滞回线,在该组分中虽然仍然存在一些铁电相，但基本上样品是趋近于纯反铁电相。可以用于说明反铁电材料的双电滞回线。

A-B 段：在零电场下 (A)，材料为反铁电态，这个状态下理论上是没有剩余极化的。电压从 0 增大到 B 点，材料展示出近似于线性电介质的特征，该阶段主要是介电贡献。

B-C 段：从 B 点开始，反铁电态转变为铁电态。B 点这个转变电场被称为 V_{A-F} 。极化强度突增，并接近饱和，该阶段出现相变，极化强度的增加通常来自于相变的贡献。这个过程中伴随着正向电流的增大。

C-D 段：当电场减小时，铁电态又会逐渐回复到反铁电态，当电压减小到 D 时开始变化，这个电压称为 $V_{(F-A)^+}$ 。

D-E 段：这个过程中可以清楚的看到，从高电场的铁电态到反铁电态转变。并伴随着负向电流的增大。对比 B 点 (V_{A-F})⁺和 D 点 ($V_{(F-A)^+}$)⁺可以看到 D 会比 B 小，通常将这两个转变电场之间的差值叫做“滞后”，这主要是前期剧烈的相变导致的。值得注意的是，不同于铁电回线，在双电滞回线中，在电场诱导的相变过程中，晶胞的体积也会出现变化，如果表征材料的应力 (s) 和电场变化关系

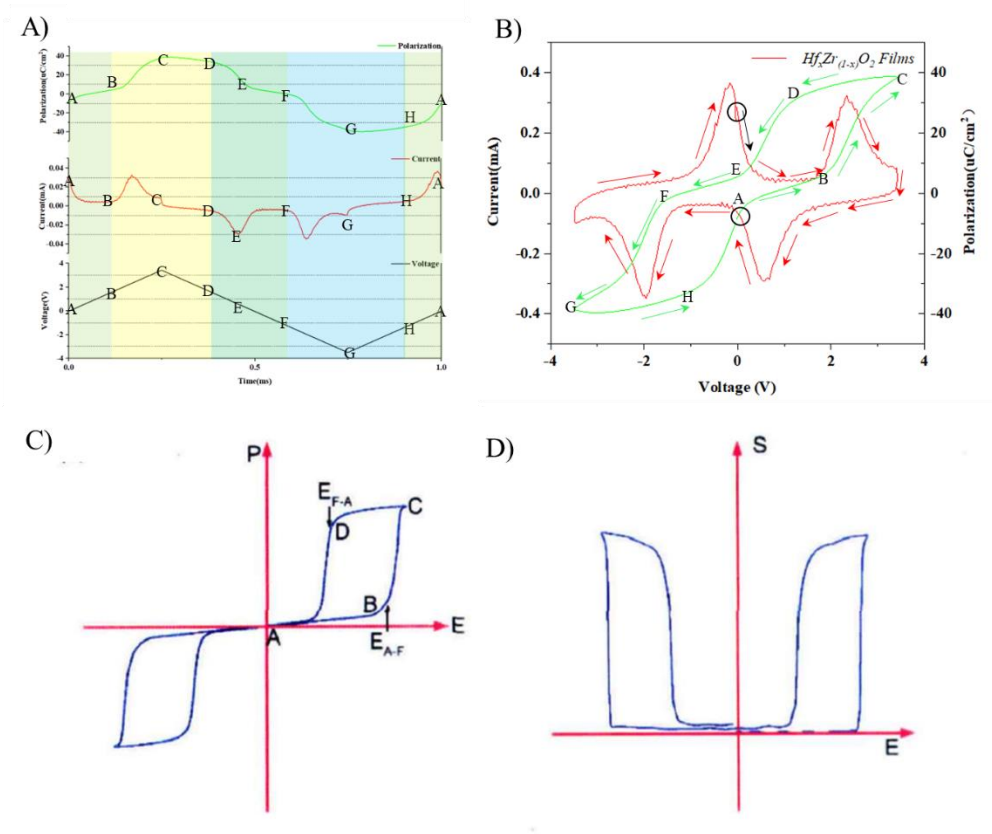
可以得到图 D。

E-F 段：在纯的反铁电体系中，E 点和 A 点应在零点重合。这个状态下理论上是没有剩余极化的。电压从 0 增大到 F 点，材料展示出近似于线性电介质的特征，该阶段主要是介电贡献。

F-G 段：从 F 点开始，反铁电态转变为铁电态。F 点这个转变电场被称为 $V(A-F)$ 。极化强度突增，并接近饱和，该阶段出现相变，极化强度的增加通常来自于相变的贡献。这个过程中伴随着负向电流的增大。

G-H 段：当电场减小时，铁电态又会逐渐回复到反铁电态，当电压减小到 D 时开始变化，这个电压称为 $V(F-A)$ 。

H-A 段：这个过程中可以清楚的看到，从高电场的铁电态到反铁电态转变。并伴随着负向电流的增大。



电滞回线是铁电体一个非常重要的特征，对它进行测定，可以得到铁电体自发极化强度 P_s 、剩余极化强度 P_{pr} 、矫顽电场 V_c 等重要的参数。

2.2、铁电材料的表征

2.2.2、电滞回线的测量方法：Sawyer—Tower 电路法

即用示波器直接观察电滞回线，其测量原理如图 2-4 所示：示波器垂直偏向板上的电压与铁电体样品上的电荷(或极化强度 P)成正比;示波器水平偏向板上的电压与加在样品上的电压(或电场强度 E)成正比。如果电容 C ,选择合适,那么电压每变化一个周期,可在示波器荧光屏上显示出电滞回线图形来。

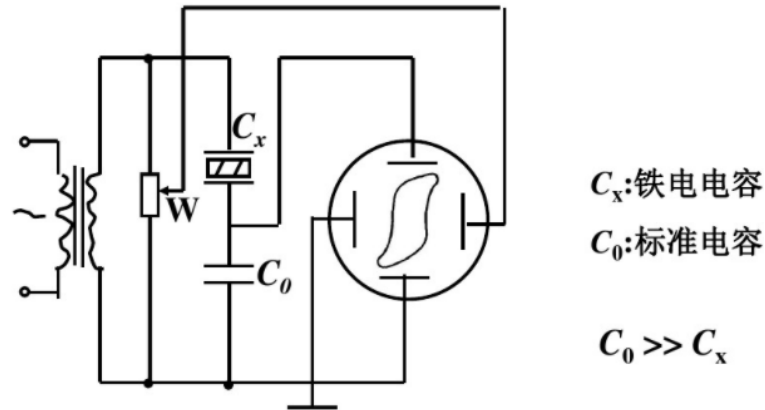


图5-5 简单的Sawyer-Tower电路

示波器的X方向:外加电压

示波器的Y方向: C_0 上的电压

为了正确测定铁电体的特征参数 Q_s (或 P_s)及 U_c (或 E_c),必须把全电荷 Q 中的电荷 Q_i 、 Q_r ,抵消掉,再测出 Q_s 与电压 U 的关系

2.3、简单介绍一下仪器的电气测量方法:

铁电材料和压电材料常用于传感器和驱动器,其电学和压电特性是研究其是否适合的的决定性因素。样品电学特性是测量其电流或电荷受到施加的电压产生的激发影响,铁电分析仪则是依托电荷变化表征铁电材料的极化特性。压电响应则是通过施加一个电激励信号并测量样品的机械位移(压电效应)或通过施加一个机械应变并记录产生的电荷位移(逆压电效应)来测量。在压电力显微镜(PFM)中,常用于表征铁电材料的相位和外加电场的关系。

在铁电分析仪中,准确的获取测量到的小信号并合理的放大,例如电荷、电流、电压、频率和信噪比是测试的关键。其中,总极化电荷 Q 受到铁电材料(可等效成一个电容器)的几何形状、材料和外加电压决定。电流 I 的大小受到电荷

Q 和电压 U 随时间的变化影响，这被称为 *Slew Rate*。如下式中，A 是电容器的面积，P 是材料的极化，V 是施加的电压， $dV=dt$ 描述施加的信号形式的 *Slew Rate*。例如，一个不同频率的电压脉冲或三角电压信号，这是记录电滞回线的典型信号。铁电电容器极化反转过程中电流的大小可以计算为：

$$Q=D*A\approx P*A;$$

$$I=dQ/dt=A* dP/dV *dV/dt$$

2.4、仪器的硬件设施



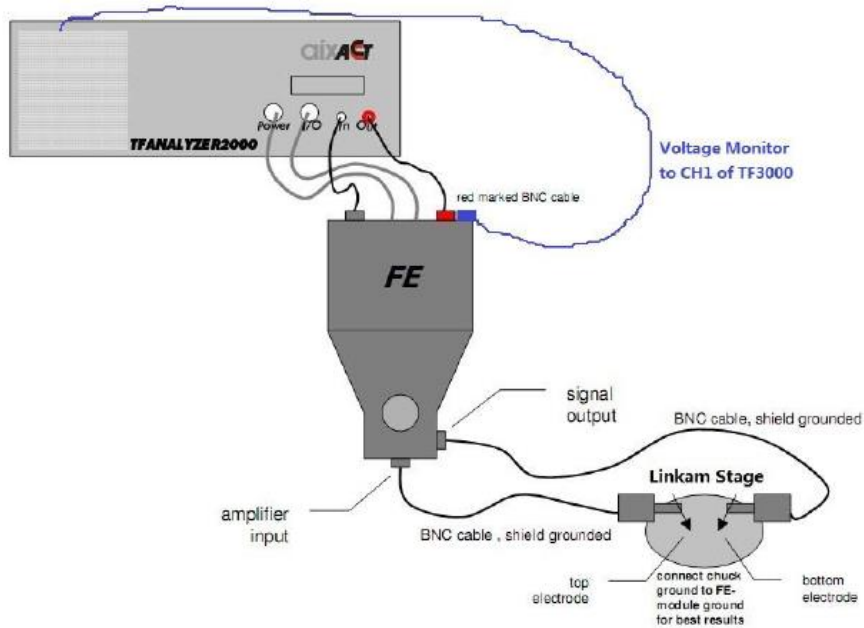
块体测试模块：变温压电铁电测试夹具；激光干涉仪；温度控制器；TF Analyzer 3000 主机；高压放大器；

薄膜测试模块：变温探针台、温控仪，TF Analyzer 3000 主机。

仪器主要由以上几个部分组成，其中探针台用于铁电薄膜样品的测试，块体测试夹具和高压放大器可用于表征块体材料。基于块体和薄膜的不同，硬件的连接方法也有不同：

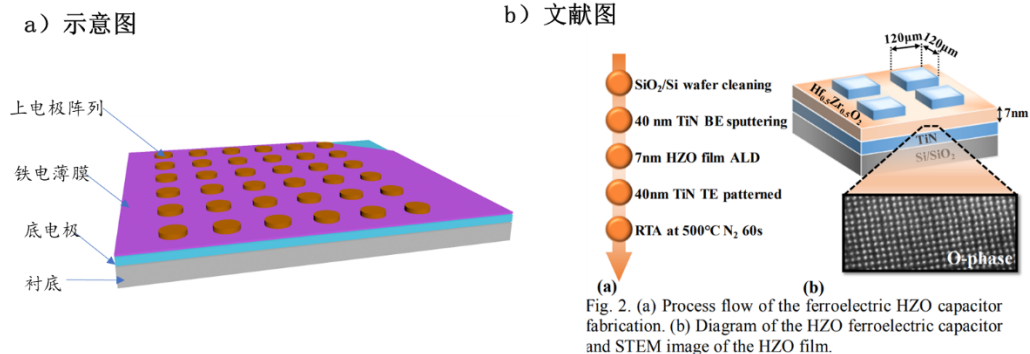
2.4.1 无机薄膜材料铁电测试（主机电压覆盖±30V 内）

材料要求：必须要有底电极，上电极可通过小型离子溅射和掩膜版蒸镀直径为 200um 的圆形阵列。



- 1、按照上图连接测试线路；
- 2、将薄膜样品放到薄膜样品台上，两探针分别压上薄膜的上下两个电极；
- 3、在菜单栏里的Tools--->>>Settings--->>>Channel Settings 下，将 Voltage Monitor 选到Head Monitor，并在Head Monitor 后面的方框内选中√，将Voltage Output 选到Head Amplifier，点击Apply，并点击OK 确认；
- 4、在Measure Parameters 里，选择相应的测试功能并设置相关参数；
- 5、点击 Start，等待数据测试完成。

2.4.2、薄膜样品要求

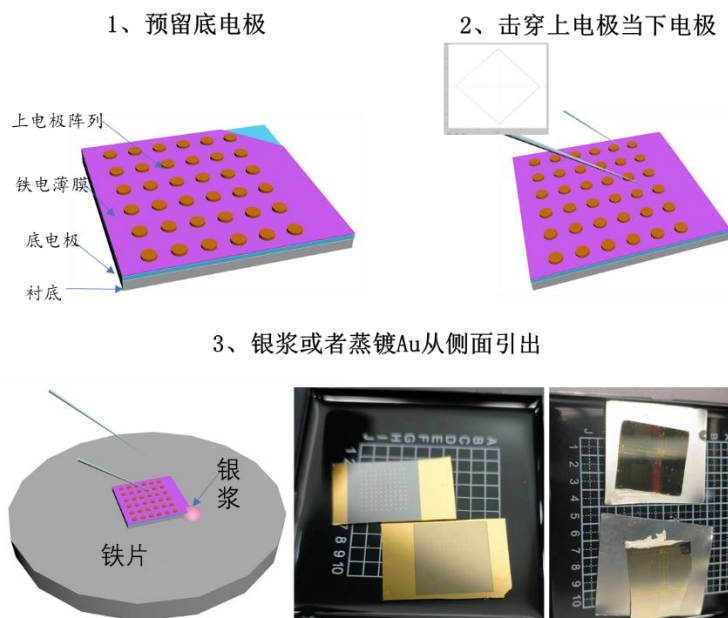


978-1-6654-8959-1/22/\$31.00 ©2022 IEEE

薄膜样品通常是在 Si、STO 等底电极上生长的外延薄膜，厚度通常在 nm 级别，铁电测试需要是 M（金属）-I（绝缘体）-M（金属）的结构。所以样品必

须要有下电极。上电极则为规则的周期性阵列，在测试时极化值和电流相关，所以必须知道面积大小。右图是文献中 HZO 器件的制样过程。

常见问题一：底电极需不需要预留出来？

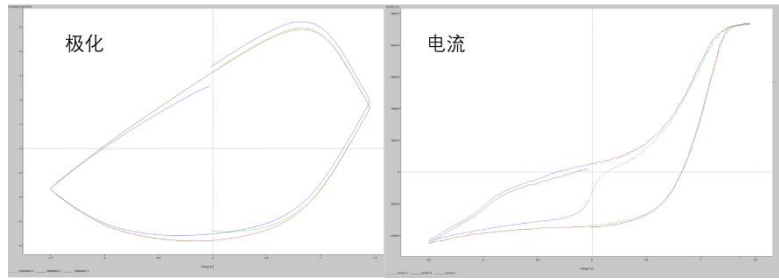


当制备好的材料有底电极时，以上三种方案都可以用于铁电测试：

- 1、在一侧预留一小块区域不长电极，或者人为的在角落上破坏一块区域漏出底电极。
- 2、在测试之前通过施加大电压的方式，将某个两个上电极击穿，当作下电极。
- 3、在样品的侧面蒸镀 Au，或者旋涂银浆引出。

常见问题二：HfO₂ 测量时，可不可以用高掺 Si 作为衬底，如果不行可以用什么衬底。

由于氧化铪的生长和目前的硅基半导体工艺相兼容，被广泛研究。在很多器件制备过程中会通过高掺硅当作底电极，而不在专门沉积低电极。在目前的实验数据中，高掺 Si 当作底电极会产生很大的漏电，电滞回线呈现鼓包状，故而不推荐使用高掺 Si 作为底电极。



在 HfO_2 基铁电器件的底电极的选择上，大多数体系选择都是 TiN。下列文献中总结了常见的底电极和衬底。

(<https://doi.org/10.1016/j.fmre.2023.02.010>)

Structure	Strategy
TiN/(5 nm) HZO/TiN [110]	<i>in-situ</i> deposition
Ru/(10 nm) HZO/Ru [98]	suppressed interfacial defects by Ru electrode
TiN/(10 nm) La-doped HZO/TiN [74]	decreased E_c and leakage current by La doping
TiN/(10 nm) HfO_2 - ZrO_2 /TiN [111]	improved interface quality by HfO_2 - ZrO_2 superlattice
TiN/(10 nm) HZO/TiN [112]	regulated oxygen vacancies in HZO by adjusting Ti/N ratio
W/(7.5 nm) Y: HfO_2 / CeO_x /W [113]	suppressive oxygen defects migration by CeO_2 capping
TiN/(5 nm) FE-HZO/(5 nm) AFE-HZO/TiN [101]	introduction of the tetragonal phase
TiN/(9 nm) Ce-doped HZO/TiN [100]	in-gap states facilitating electron injection in bulk films via Ce doping
Au/(20 nm) HZO/(4 nm) Al_2O_3 /TiN [114]	alleviative bias stress by Al_2O_3 layer
Pt/(6.5 nm) HZO/LSMO/STO [115]	epitaxial growth of HZO
TiN/(6 nm) HZO/TiN [116]	anti-ferroelectric HZO
TiN/(4 nm) HZO/TiN [103]	thickness scaling
W/(5 nm) HZO/(0.5 nm) Al_2O_3 /(5 nm) HZO/W [106]	interruption of leakage path at grain boundaries by inserting Al_2O_3

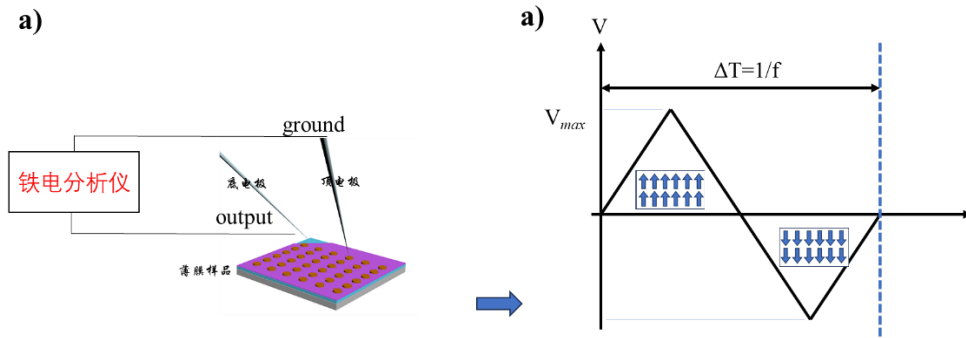
常见问题三：二维材料铁电可不可以测到回线？

不行，目前的探针直径为 10 μm 。观察的显微镜的分辨率也不支持能够观察二维材料的具体位置。此外，铁电分析仪测试的时候表征的是电荷的充放电，二维材料面积太小了会导致电荷量太少。

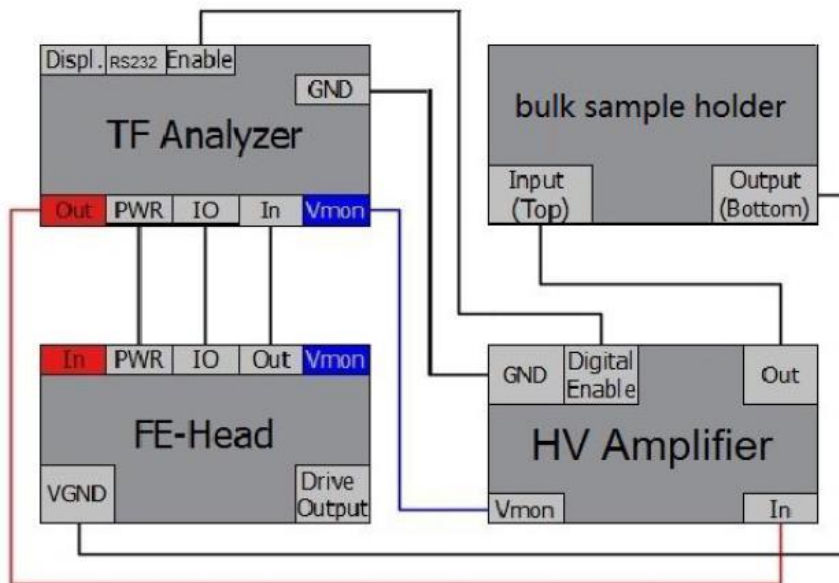
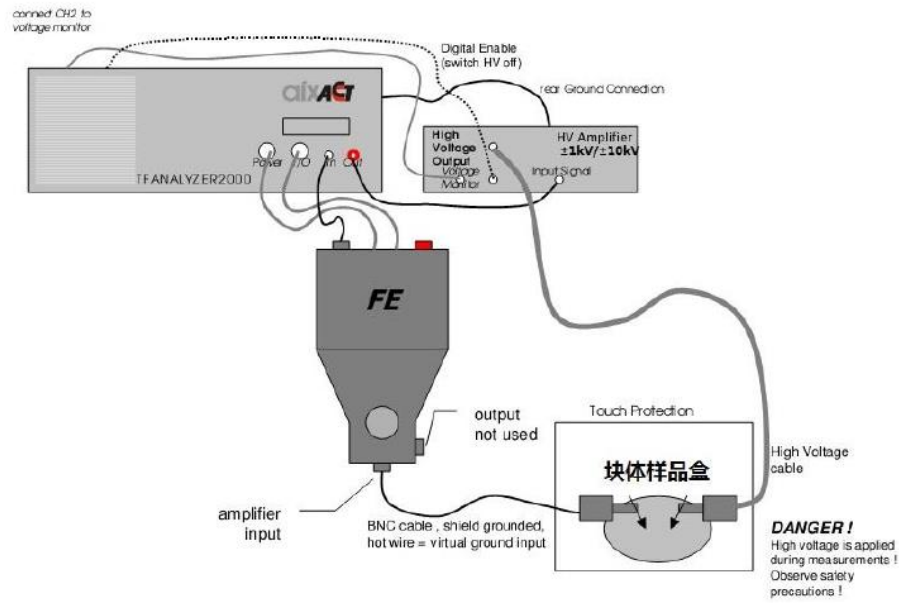
当然，随着仪器的发展，文献的报道或许通过制作成器件，引出来等方式可能测到。

常见问题四：施加电压的方向

在众多测试经验中发现，将电压施加到样品的底电极上比施加到上电极上的效果更好一些。



2.4.2 有机厚膜和块体材料的铁电测试（电压覆盖±10kV）



1、按照上图连接测试线路；

- 2、将块体样品放到块体样品盒内，添加硅油使样品边缘浸润，暂时先不关闭样品盒盖子；（注意操作顺序）；
- 3、开启10kV 高压放大器最右下角的ON（至少一分钟以上再使用），在菜单栏里的Tools--->>>Settings --->>> Channel Settings 下，将Voltage Monitor 选到TREK 610E 或者10kV，将Voltage Output 选到相同的TREK 610E 10kV，点击Apply，并点击OK 确认；
- 4、将10kV 高压放大器右下角的HV 调整到ON 的位置，然后关闭样品盒盖子；
- 5、在Measure Parameters 里，选择相应的测试功能并设置相关参数；
- 6、更换样品时，必须将高压放大器的 HV 档位调整到 OFF 的位置以确保安全。

2.4.2、块体样品要求

无电极陶瓷片



带电极陶瓷片



聚合物膜



室温测试夹具



变温测试夹具



常见的铁电块体样品通常指的是各类压电陶瓷片、聚合物薄膜等。制样是要求厚度不能小于 0.5mm。直径要大于 1mm。

块体测试有两种夹具，白色的室温测试夹具，底部电极面积 28mm²。所以样品要覆盖底电极才能不会短路。这个夹具对样品的接触面积大，所以可以不需要

在样品表面镀电极。

金属的是变温及压电测试夹具，顶电极的弹簧探针很小。所以样品必须要镀电极才能测量。这个夹具不仅能测铁电，还能变温，能测压电等多种测试。

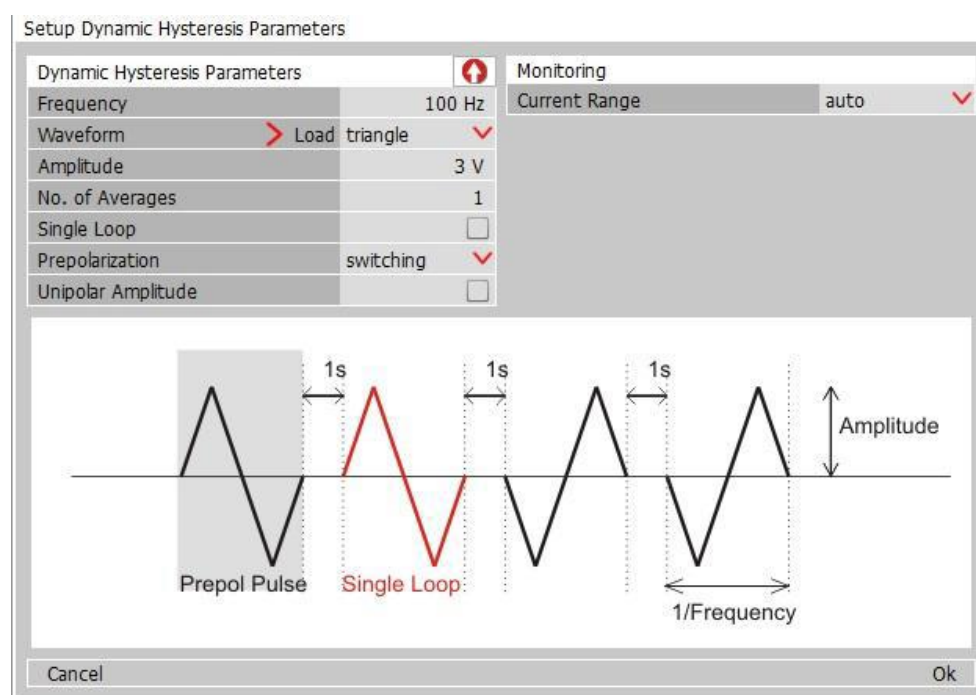
三、具体测试模式的软件操作及参考数据

TF3000 主要包括以下几个模块，每个模块表征的物理参数各不相同，我们将从测试原理，测试模式、可变参数及其影响、实测数据示例、文献解析等几个方向介绍。

4.1 动态电滞回线 DHM

4.1.1 原理：此模式通过施加周期性的电压波形（常用三角波）表征铁电材料的磁滞回线。常见的电滞回线如示例一所示。

4.1.2 测试模式：



4.1.3 可变参数：

Frequency: 1mHz -250kHz (一般块体 10Hz 以内，薄膜 100Hz 以上)。频率对极化的影响如示例二所示。

Waveform: triangle (一般不变)。

Amplitude: 最大 30 V(需要大于材料的矫顽场)，电压从小增大的过程可以逐渐打开极化，如示例三所示。

No.of averages : 1

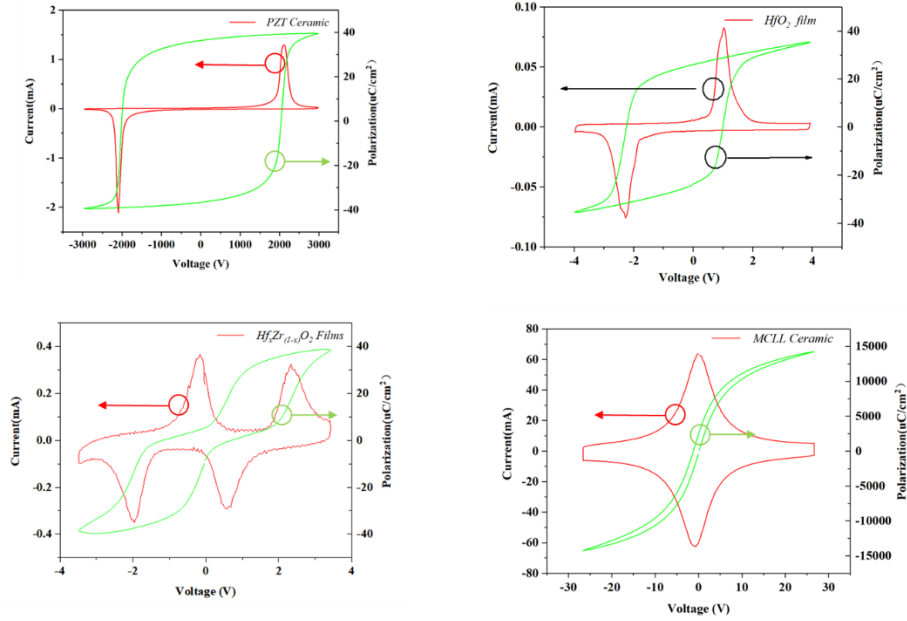
Single loop: 如果勾选则只有一条曲线，如果不勾选则测三次。

Prepolarization: Switching (代表预先极化到一个方向)。勾选与否的区别如示例四所示。

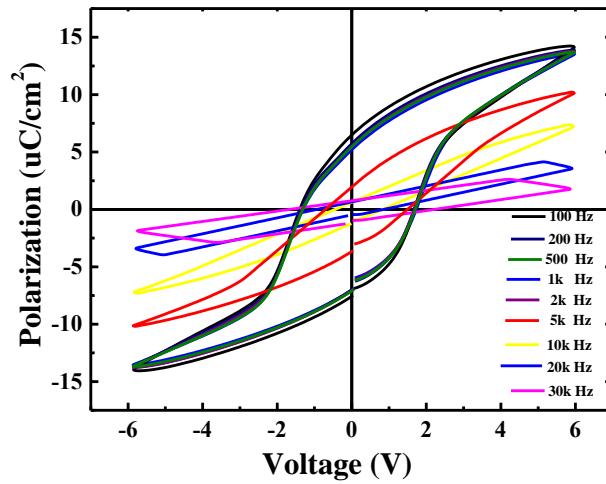
Current range: auto,或者根据材料电流大小选择。当选择电流范围大于测试测试电流时会导致曲线波动大，软件上出现 **under flow** ；当选择电流范围小于测试测试电流时会导致曲线呈现黑色，软件上出现 **over flow** ；

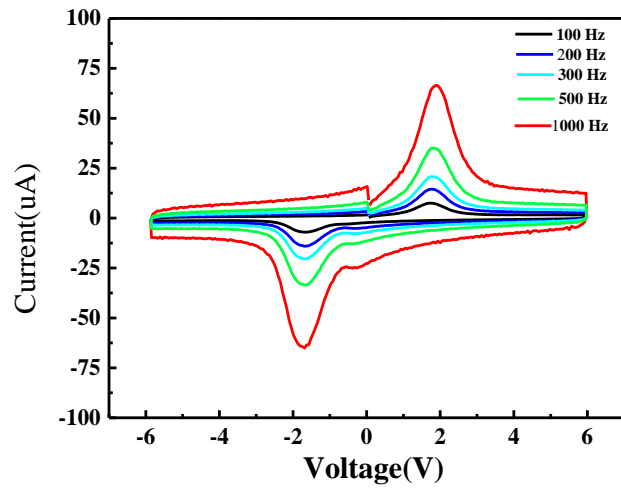
4.1.4 实测数据示例：

1、常见的几种电滞回线：陶瓷块体、铁电薄膜、反铁电薄膜、MCLL 陶瓷

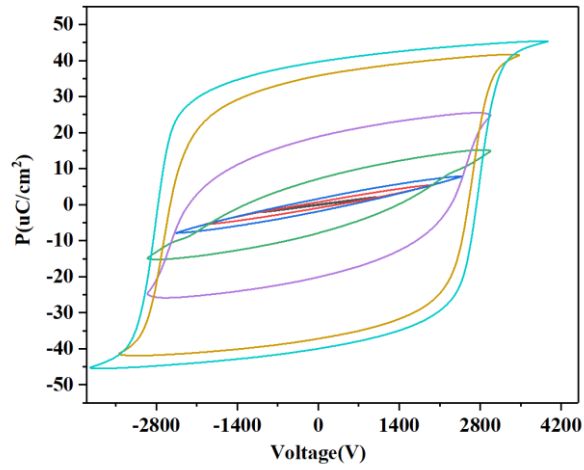


2、电滞回线随频率变化：



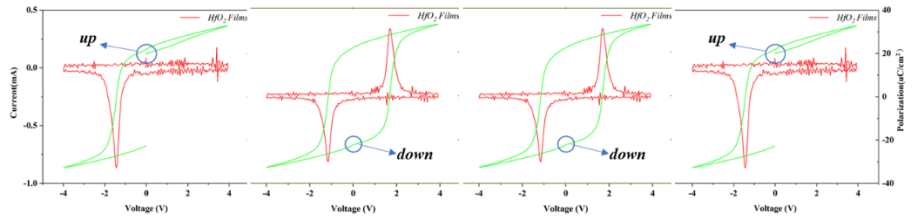


3、极化随着电压增大逐渐打开：

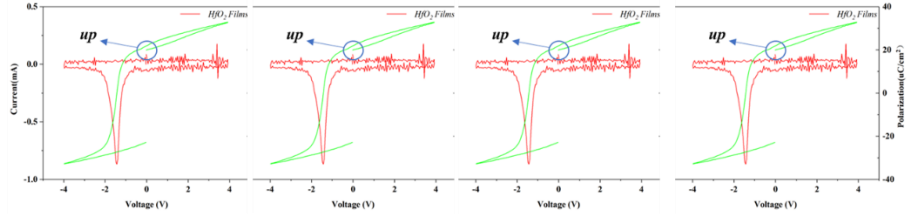


4、预先极化与否对测试的影响

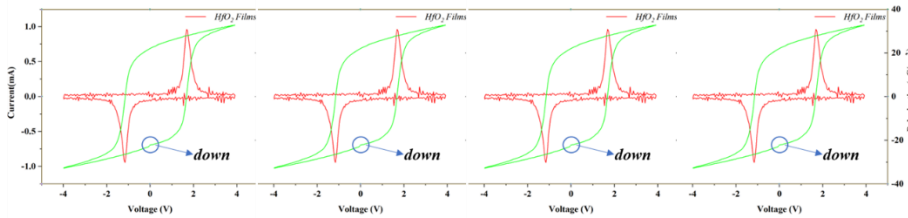
No-switching: 多次测量初始极化会来回且换



disable: 多次测量初始极化会保持同一方向



switching: 通过预极化先将极化拉到反方向以获得完整曲线



4.1.5 文献示例

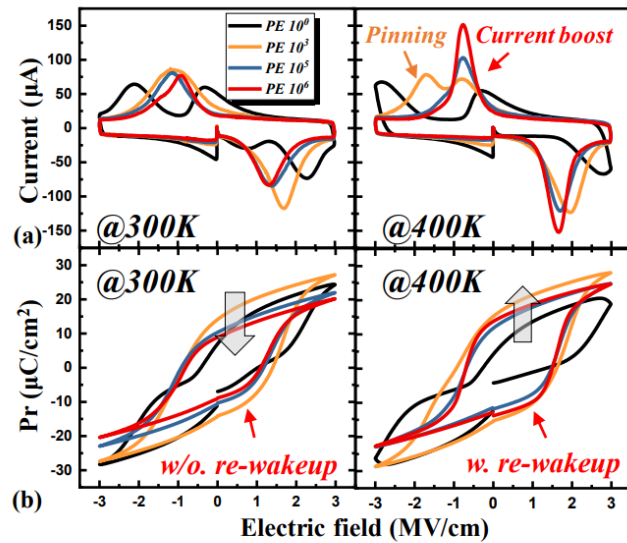


Fig. 6 Measured (a) I-V and (b) P-V curves during cycling at 300K and 400K. Severe pinning and re-wakeup are observed in 400K measurement.

HfO_2 在疲劳过程中电流和极化的变化 (978-1-6654-8959-1/22/\$31.00 ©2022

IEEE)

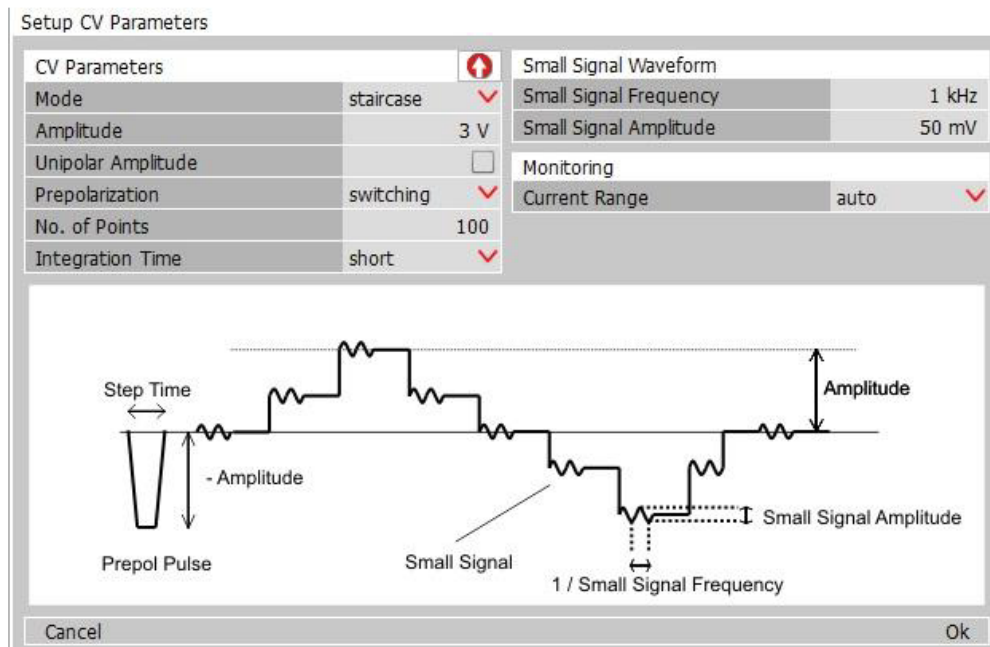
4.2 电容电压测试 CVM

4.2.1 测试原理:

电容率 ϵ 是联系电位移 D 和电场 E 的对称阶张量,其分量 $\epsilon_{mn} = \partial D_m / \partial E_n$, 单位为 F/m. 相对电容率为 $\epsilon_r = \epsilon_{mn} / \epsilon_0 = \epsilon' - i \epsilon''$ 。 $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{F/m}$ 为真空电容率。另一个常用的参量是介电损耗正切 $\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon'$ 。在电场 $E = E_0 \cos \omega t$ 作用下, 电位移为 $D = D_0 \cos(\omega t - \delta)$, 于单位时间内单位体电质内能损耗为 $\omega \tan \delta E_0 D_0 / 2$, 所以 ϵ'' 或 $\tan \delta$ 反映了能量损耗的大小。

在针对铁电体指出测量中, 仪器通常是表征某一频率一下的 C-V 曲线。首先, 预极化脉冲建立一个确定的极化状态, 通常是负态, 达到 $-V_{\max}$ 后的松弛剩余极化。这个脉冲后面跟着一个连续的单极激励信号脉冲 (small signal)。单极脉冲是直流偏置电压脉冲与一个叠加的正弦波交流小信号。直流偏置从零伏开始, 随着每个脉冲的增加而增加, 直到所需的最大值激励电压 V_{\max} , 减小到 $-V_{\max}$, 然后回到零。电容与损耗相切 都是由交流小信号的电流响应推导而来, 通过虚地面。所得的 $C(V)$ 和 $\tan(\delta)(V)$ 曲线对应于小信号激励。测试界面如图下图所示

4.2.2 测试模式:



4.2.3 可变参数:

Mode: 一般选 staircase。

Amplitude: 一般和 DHM 的一致, 需要大于矫顽场, 但是不能太大, 然会

有漏电。

Unipolar amplitude:勾选则只有正向电压部分

Prepolarization:预极化与否，对铁电性的影响参照 DHM。

No.of.piont:点数。一般为 100，可以适当增大到 200

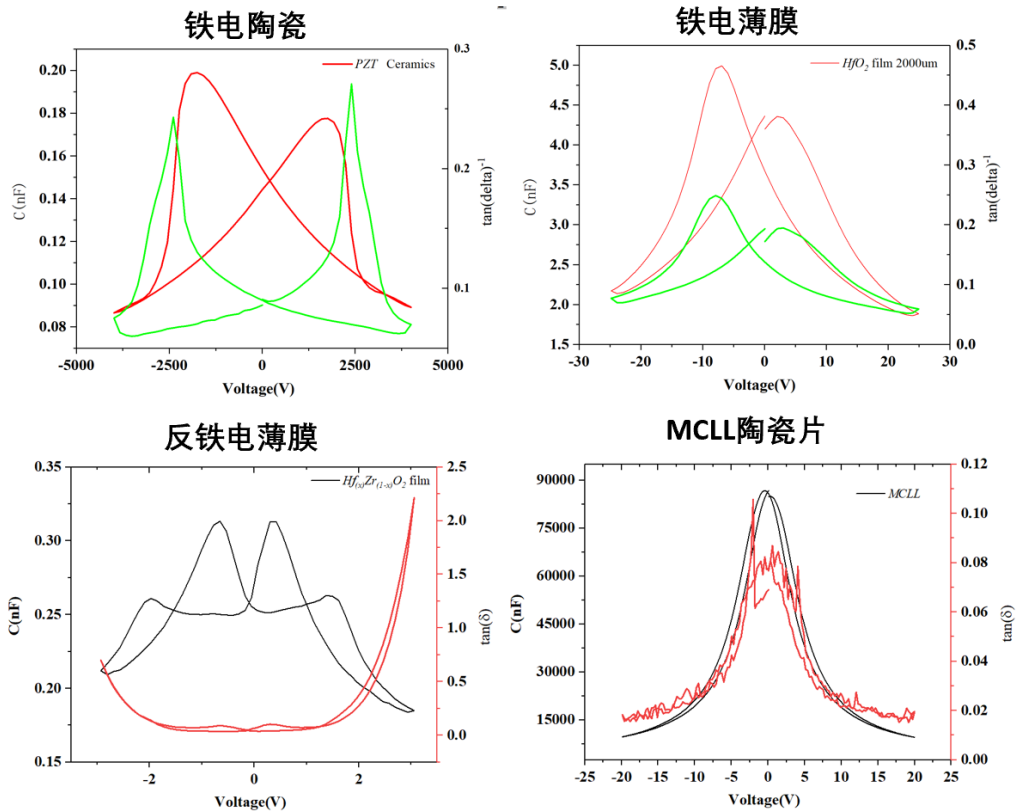
Integration Time: 积分时间，short、media、long 是测试快慢。一般选 short 就行。

small signal frequency:小电压的频率，小电压的频率决定了整个测试的快慢。最优频率应当和 DHM 测试频率一致，不同的频率影响参见示例二。

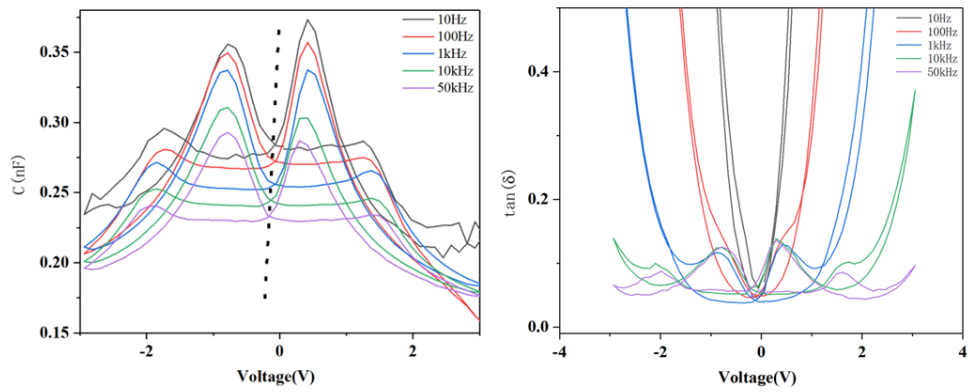
small signal amplitude: 小电压的振幅,一般为 amplitude 的 1/30~1/10 之间,不同的 Ssamplitude 影响参照是示例三

4.2.4 实测数据:

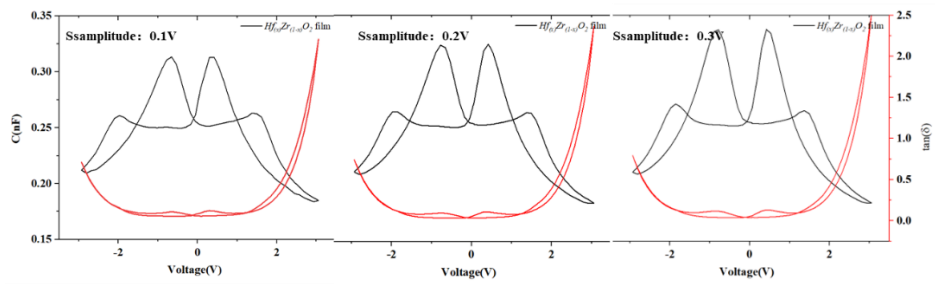
示例数据一：常见材料的 C-V 曲线



示例二：频率变化对 C-V 的影响



示例数据三：Ss amplitude 对 C-V 测试的影响。效果不是很明显，增大一些会让曲线平滑一些。



4.2.5 文献示例：

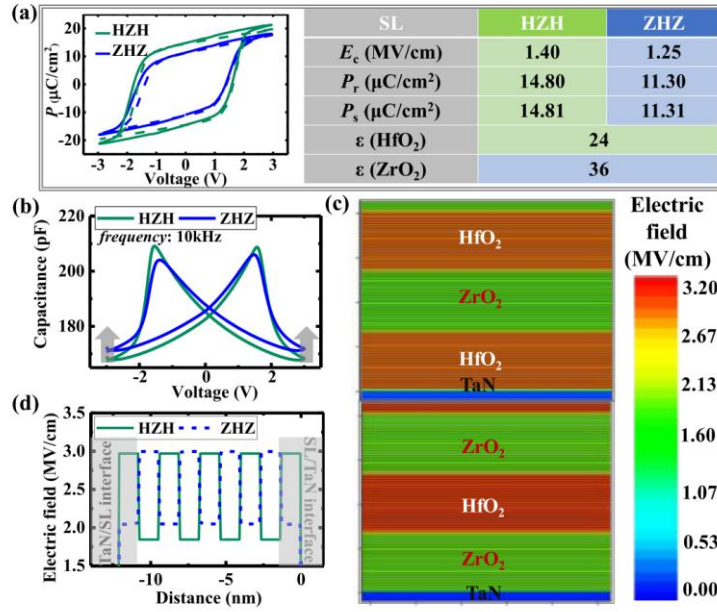
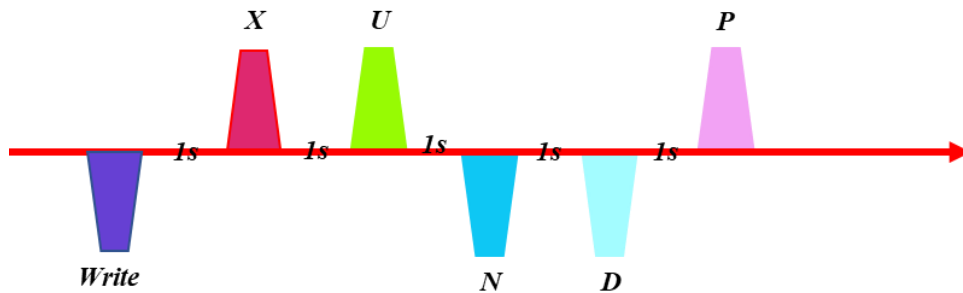


Fig. 10. (a) Measured and simulated P - V curves of the HZH and ZHZ SL capacitors. The right table shows the material parameters used in the TCAD simulation [30]. (b) Measured the C - V curves of HZH and ZHZ capacitors at a frequency of 10 kHz. (c) Electric field distribution across the HZH and ZHZ SL films at $V = 3$ V. (d) Extracted the electric field across HZH and ZHZ SL layers.

4.3 脉冲性能测试 PM

4.3.1 测试原理:

通过研究表明，矫顽力电压与激励信号呈频率依赖关系。这种依赖性在矩形脉冲作为激励信号的情况下更为明显。激发信号的幅值和频率以及读取脉冲和极化脉冲的极性都可以改变。AIXACCT TF analyzer的仪器PUND波形如下图所示。



PUND 模式测试脉冲施加示意图

Write 脉冲: 预置样品状态，施加一个写入脉冲，这过程中没有测量。

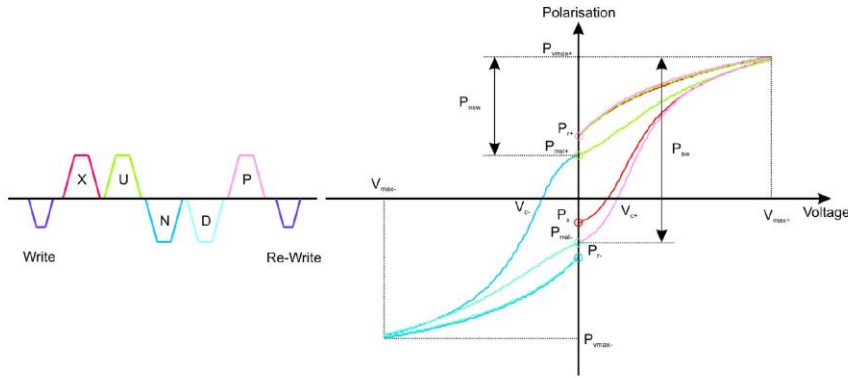
X 脉冲:在写入完成以后 1s，施加，正向脉冲极化发生翻转，记录了极化从负到正的变化。

U 脉冲:然后经历一个 1s 的延迟时间，非有效剩余极化消失。施加一个正向电场测试，无极化翻转，呈现非有效剩余极化的变化。

N 脉冲:因为 U 脉冲正向写入，所以 N 脉冲发生了极化的翻转。记录了极化从正到负的变化。

D 脉冲:然后经历一个 1s 的延迟时间，非有效剩余极化消失。施加一个负向电场测试，无极化翻转，呈现非有效剩余极化的变化。

P 脉冲:施加一个正向的写入脉冲，这过程中也测量极化从负到正的变化。



测试过程中不仅施加了波形，也表征了波形中极化的变化过程。所以根据测试可以获取到以下信息：

Value	Unit	Description
V_{max+}	[V]	maximum voltage
P_{r+}	$[\mu C/cm^2]$	positive remnant polarization value of the positive reference read pulse
P_{rrel+}	$[\mu C/cm^2]$	positive state of relaxed remnant polarization , relaxed for one second in the P_{r+} state. Equal to the positive state of remnant polarization of the quasi statically measured loop
P_{vmax+}	$[\mu C/cm^2]$	positive saturation polarization of each recorded hysteresis loop (at measuring positive voltage)
V_{c+}	[V]	positive coercive voltage , voltage at which the polarization crosses the x -axis with increasing voltage values
I_{pk+}	[A]	peak current
$V_{max-}, P_{r-}, P_{rrel-}, P_{vmax-}, V_{c-}, I_{pk-}$ are the analogous values with negative field and polarization direction		

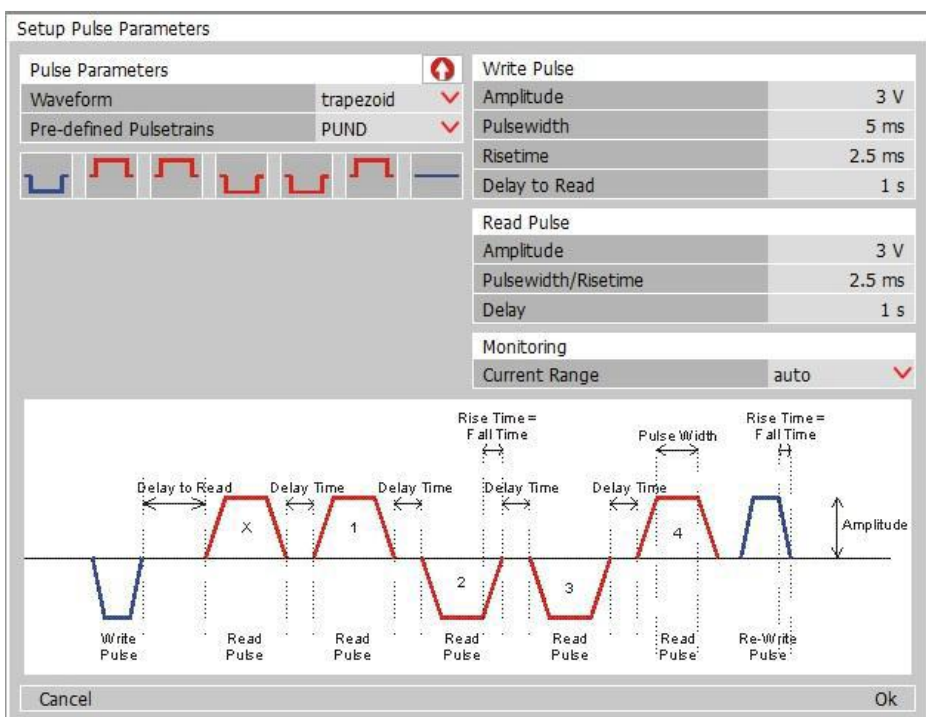
P_x	[A]	initial (unknown) polarization of the first read pulse
P_{sw}	$[\mu C/cm^2]$	$= (P_{max+} - P_{rrel-})$: change of polarization when the sample is switched from the negative state of the relaxed remanent polarization into the positive saturation - switching case
P_{nsw}	$[\mu C/cm^2]$	$= (P_{max+} - P_{rrel+})$: change of polarization when the sample is driven into the positive saturation from the positive state of the relaxed remanent polarization - non-switching case
dP_{sw}	$[\mu C/cm^2]$	$= (P_{sw} - P_{nsw})$: detectable polarization difference between switching and non-switching case
R_{av}	[Ω]	average resistance
W_{loss}	[$\mu J/cm^2$]	lost energy in hysteresis cycle

其中 $2Pr = Pr_{rel+} + Pr_{rel-}$ 这和 Radiant 算到的 dPr 值是一样的。

而 $Pr+$ 和 $Pr-$ 的值和 DHM (PE-LOOP) 中的剩余极化值是一致的。

所以, AIXACCT TF analyzer 的仪器的 PUND 测试更像 Radiant 的 Remanent Hysteresis。

4.3.2 测试模式:



4.3.3 可变参数:

Pluse Parameters:

Waveform : 一般选 trapezoid

Pre-defined Plusetrains: PUND 是官方推荐的波形, 知道每条线的含义后, 可按需求规划 5 条线中的任意一条。

Write Plus : 写脉冲只出现一次, 所以对测试影响不大。

Amplitude: 和 DHM 振幅一致

Pluse width: 一般而言取 DHM 时间的 1/2.例如，薄膜材料测试 DHM 为 1kHz，对应 1ms，则可以取 500us；薄膜材料测试 DHM 为 1Hz，对应 1s，则可以取 500ms；

Risetime: 一般而言取 DHM 时间的 1/4

Delay to read :默认 1s

Read Plus : 对应 PUND 四个脉冲的设置，对数据影响比较明显。

Amplitude: 和 DHM 振幅一致。

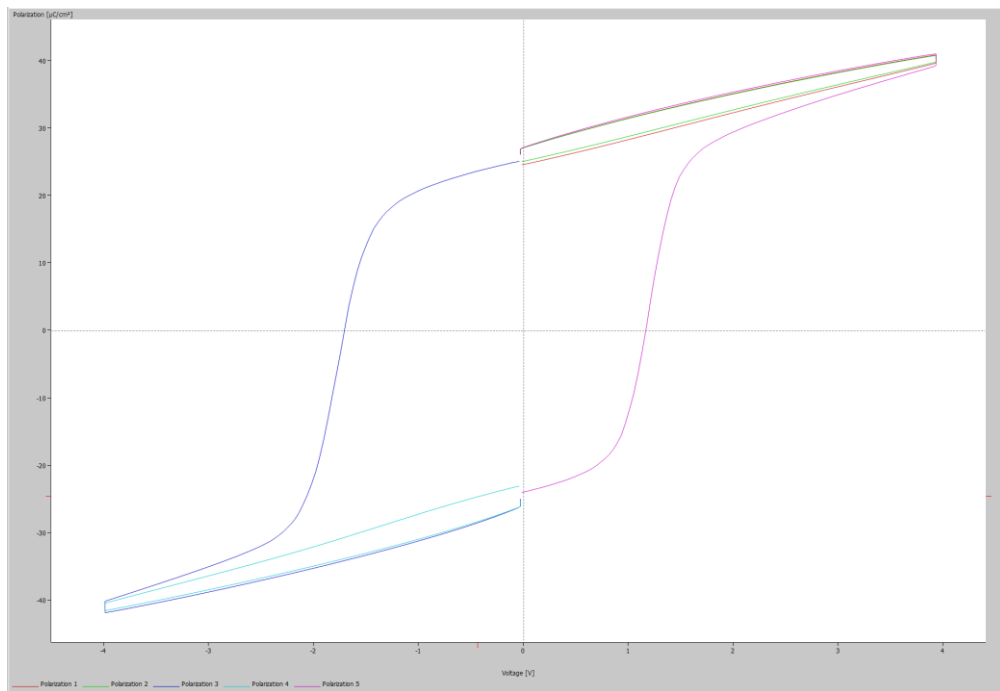
Pluse width/Risetime: 一般而言取 DHM 时间的 1/4.例如，薄膜材料测试 DHM 为 1kHz，对应 1ms，则可以取 250us；块体材料测试 DHM 为 1Hz，对应 1s，则可以取 250ms；实际测试数据如示例一所示；

注意：Plus 的脉冲宽度直接影响测试数据质量。

4.3.5 数据处理：

对于 PUND 测试而言，很多人测完以后不清楚其测试含义，也不会数据处理。我们罗列出测试数据详细分析处理过程。

下图为 AIXACCT TF analyzer 仪器测到的 PUND 曲线



一共有五条：

Polarization1: X 脉冲: **红色的线**, 在写入电压后 (4V) 发生后 1s, 施加正向脉冲 (4V), 极化未发生翻转。呈现非有效剩余极化的变化。

Pr^r是 The first pulse (x) is the most important one, since this pulse reads the charge left on the sample electrodes, 软件可能觉得这条线能样品写入后的本征信息。(Write 脉冲的方向和 X 的变化有关, 且受到 Write 大小的影响)

在本次数据中, 由于 X 脉冲未发生翻转, 我们先抛开抛开 X 脉冲不管。关注剩下的 4 条。如果 X 脉冲反转了, 应该和 P 脉冲是接近的, 可以任选一条。

U 脉冲: **绿色的线**, X 脉冲 (4V) 发生后 1s, 施加正向脉冲 (4V), 极化未发生翻转。呈现非有效剩余极化的变化。

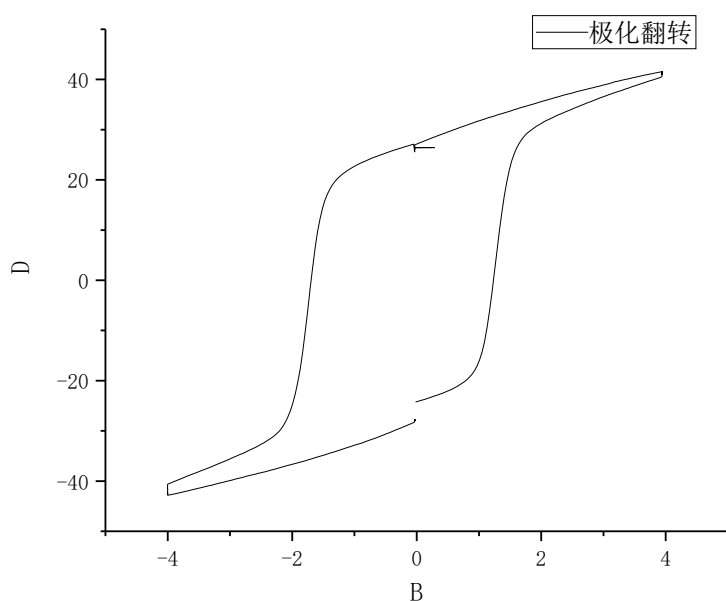
N 脉冲: **蓝色的线**, U 脉冲 (4V) 发生后 1s, 施加负向脉冲 (4V), 极化发生从正到负的翻转。

D 脉冲: **天蓝的线**, N 脉冲 (4V) 发生后 1s, 施加负向脉冲 (4V), 无极化翻转, 呈现非有效剩余极化的变化。

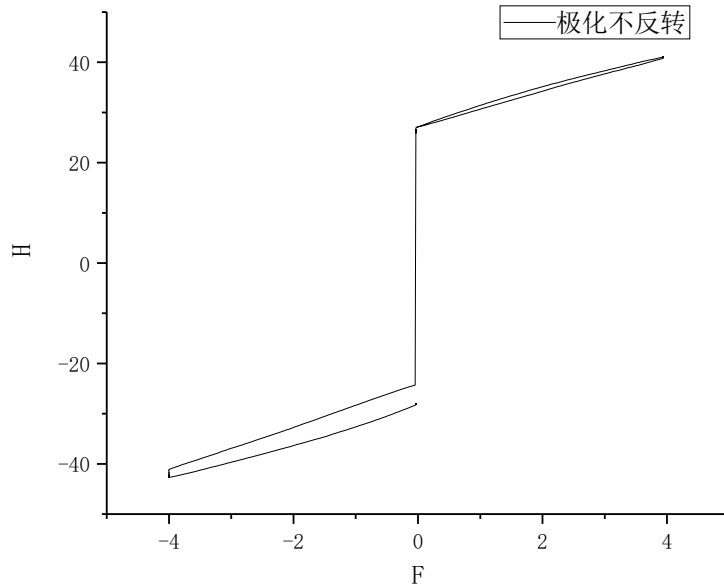
P 脉冲: **紫红色的线**, D 脉冲 (4V) 发生后 1s, 施加负向脉冲 (4V), 极化发生从负到正的翻转。

在 PUND 处理的逻辑中: 剩余极化=翻转脉冲—不翻转脉冲:

在 PUND 中: P 脉冲和 N 脉冲为翻转极化, 可作图



在 PUND 中：U 脉冲和 D 脉冲为不翻转极化，可作图：



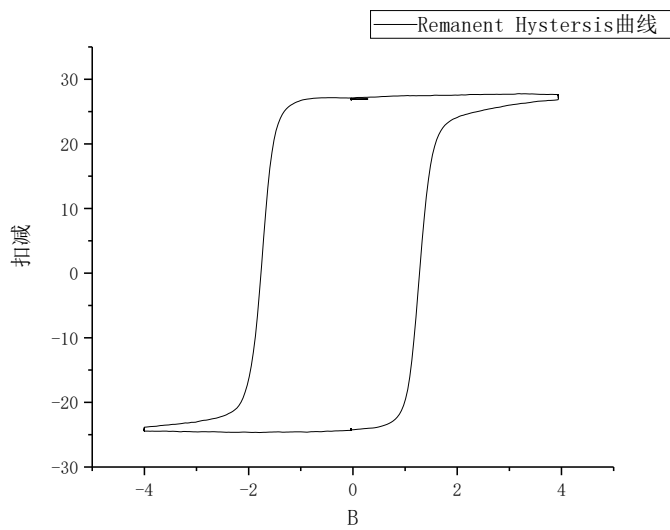
根据脉冲电压方向：P 减 U；N 减 D 得到的就是剩余极化回线。

具体数据处理时，“用“翻转极化”与“不反转极化归零化处理后的数据”作差，就得到剩余电滞回线。”这句话不是很容易理解。我结合原始数据解释一下：

极化翻转			极化不翻转			不反转归零化		极化翻转			极化不翻转			不反转归零化	
Time [s]	V [V]	P [uC/cm2]	Time [s]	V [V]	P [uC/cm2]			Time [s]	V [V]	P [uC/cm2]	Time [s]	V [V]	P [uC/cm2]		
4.02400	(0.01875)	(24.23841)	1.02300	(0.01841)	27.10335	0.00000	(24.23841)	2.02300	(0.04700)	27.10335	3.02400	(0.04543)	(24.31930)	0.00000	27.10335
4.02400	0.01966	(24.11355)	1.02300	0.02012	27.20614	0.10279	(24.21634)	2.02300	(0.08528)	26.98273	3.02400	(0.08424)	(24.43646)	(0.11716)	27.09989
4.02401	0.05937	(23.97176)	1.02301	0.05986	27.31214	0.20879	(24.18055)	2.02301	(0.12478)	26.83127	3.02401	(0.12476)	(24.58959)	(0.27029)	27.10156
4.02401	0.09937	(23.82762)	1.02301	0.09898	27.43118	0.32783	(24.15545)	2.02301	(0.16467)	26.68360	3.02401	(0.16481)	(24.74401)	(0.42471)	27.10831
4.02401	0.13890	(23.68110)	1.02301	0.13824	27.56248	0.45913	(24.14023)	2.02301	(0.20471)	26.53733	3.02401	(0.20346)	(24.89348)	(0.57904)	27.11637
4.02401	0.17833	(23.50454)	1.02301	0.17851	27.69237	0.58802	(24.09356)	2.02301	(0.24374)	26.37942	3.02401	(0.24292)	(25.04847)	(0.72917)	27.10859
4.02402	0.21827	(23.33080)	1.02302	0.21879	27.83450	0.73115	(24.06195)	2.02302	(0.28452)	26.22087	3.02402	(0.28278)	(25.21796)	(0.88966)	27.11953
4.02402	0.25632	(23.17580)	1.02302	0.25750	27.97146	0.86811	(24.04391)	2.02302	(0.32389)	26.06924	3.02402	(0.32248)	(25.39592)	(1.07662)	27.14586
4.02402	0.29605	(23.01231)	1.02302	0.29692	28.10399	1.00064	(24.01295)	2.02302	(0.36290)	25.91228	3.02402	(0.36263)	(25.55880)	(1.23950)	27.15178
4.02402	0.33561	(22.85040)	1.02302	0.33596	28.24759	1.14424	(23.99464)	2.02302	(0.40281)	25.74504	3.02402	(0.40239)	(25.71797)	(1.39867)	27.14371
4.02403	0.37571	(22.67521)	1.02303	0.37671	28.38641	1.28306	(23.98271)	2.02303	(0.44287)	25.57442	3.02403	(0.44122)	(25.88674)	(1.56744)	27.14186
4.02403	0.41472	(22.50448)	1.02303	0.41521	28.52405	1.42070	(23.92518)	2.02303	(0.48340)	25.39835	3.02403	(0.48159)	(26.06414)	(1.74484)	27.14319
4.02403	0.45463	(22.30784)	1.02303	0.45481	28.67822	1.57487	(23.88271)	2.02303	(0.52281)	25.22033	3.02403	(0.52054)	(26.23379)	(1.91449)	27.13482
4.02403	0.49396	(22.07724)	1.02303	0.49456	28.83083	1.72748	(23.80472)	2.02303	(0.56245)	25.04462	3.02403	(0.56004)	(26.39861)	(2.07931)	27.12393
4.02404	0.53488	(21.86407)	1.02304	0.53524	28.95769	1.85434	(23.71841)	2.02304	(0.60123)	24.87225	3.02404	(0.60048)	(26.56798)	(2.24868)	27.12093
4.02404	0.57442	(21.63439)	1.02304	0.57443	29.08319	1.97984	(23.61423)	2.02304	(0.64129)	24.69853	3.02404	(0.64092)	(26.73242)	(2.41312)	27.11165
4.02404	0.61450	(21.37211)	1.02304	0.61450	29.23999	2.13664	(23.50875)	2.02304	(0.68208)	24.51784	3.02404	(0.68004)	(26.89732)	(2.57802)	27.09586
4.02404	0.65381	(21.10092)	1.02304	0.65377	29.39907	2.29572	(23.39664)	2.02304	(0.72136)	24.32922	3.02404	(0.71925)	(27.06910)	(2.74980)	27.07902
4.02405	0.69354	(20.80682)	1.02305	0.69364	29.54762	2.44427	(23.25109)	2.02305	(0.75989)	24.11856	3.02405	(0.75853)	(27.24950)	(2.93020)	27.04876
4.02405	0.73281	(20.49673)	1.02305	0.73390	29.69697	2.59362	(23.09035)	2.02305	(0.80065)	23.88890	3.02405	(0.79898)	(27.42617)	(3.10667)	26.99577
4.02405	0.77241	(20.13992)	1.02305	0.77397	29.83360	2.73025	(22.89917)	2.02305	(0.83983)	23.66903	3.02405	(0.83766)	(27.60370)	(3.28740)	26.95643
4.02405	0.81287	(19.72104)	1.02305	0.81403	29.97263	2.86928	(22.69502)	2.02305	(0.87971)	23.45402	3.02405	(0.87830)	(27.79665)	(3.47735)	26.93337
4.02406	0.85157	(19.24473)	1.02306	0.85174	30.13433	3.03098	(22.47571)	2.02306	(0.91808)	23.22760	3.02406	(0.91870)	(27.96914)	(3.64984)	26.87744
4.02406	0.89140	(18.66686)	1.02306	0.89218	30.27674	3.17339	(22.24025)	2.02306	(0.95914)	22.98166	3.02406	(0.95779)	(28.14972)	(3.83042)	26.81208
4.02406	0.93089	(17.95889)	1.02306	0.93153	30.39895	3.29560	(21.25449)	2.02306	(0.99805)	22.71476	3.02406	(0.99839)	(28.31921)	(3.99991)	26.71467
4.02406	0.97234	(17.04218)	1.02306	0.97122	30.54255	3.43920	(20.49138)	2.02306	(1.03818)	22.43774	3.02406	(1.03718)	(28.47148)	(4.15218)	26.58992
4.02407	1.01024	(15.94488)	1.02307	1.01135	30.69529	3.59194	(19.43882)	2.02307	(1.07762)	22.14054	3.02407	(1.07664)	(28.60504)	(4.34124)	26.48188
4.02407	1.05057	(14.27243)	1.02307	1.04963	30.84506	3.74171	(18.01144)	2.02307	(1.11681)	21.81463	3.02407	(1.11656)	(28.84125)	(4.52195)	26.33658
4.02407	1.08997	(12.19116)	1.02307	1.08969	30.99199	3.88864	(16.07960)	2.02307	(1.15683)	21.46685	3.02407	(1.15617)	(29.01020)	(4.69090)	26.15775

其中的难点就是“不反转极化归零化处理后的数据”：将不反转的极化起始点（例如 U 是 27.1035，D 是 -24.31930），变为零起点（例如，D 就变成了 0 0.11716），所以分别（减去 27.1035 和加上 24.31930）。得到表格中的“不反转归零化列”。最后，用 P 的值减去“不反转归零化”的值，就得到了“扣减列”。

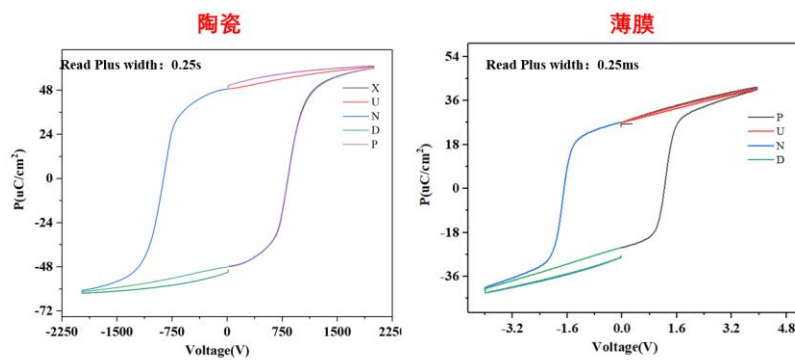
将扣减列复制到一起，就得到了：Remanent Hysteresis 曲线：



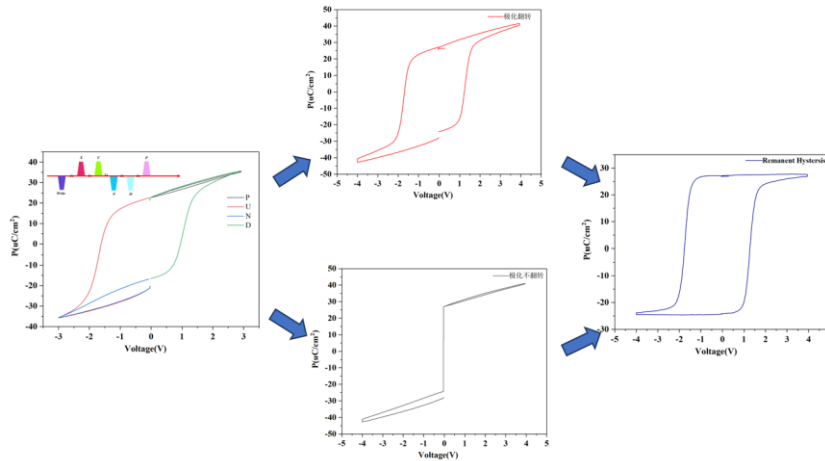
经过扣除后，正负极化值是接近 P_{r+} 和 P_{r-} 的，而且避免了漏电流的影响。

整个过程概括下来就是这样，所以后期在一些文献中看到顶部和底部很平整的电滞回线有可能都是数据处理后的。

实测数据示例一：薄膜和陶瓷 pumd 测试图



实测数据二：利用 PUND 获取 Remanent Hysteresis 曲线

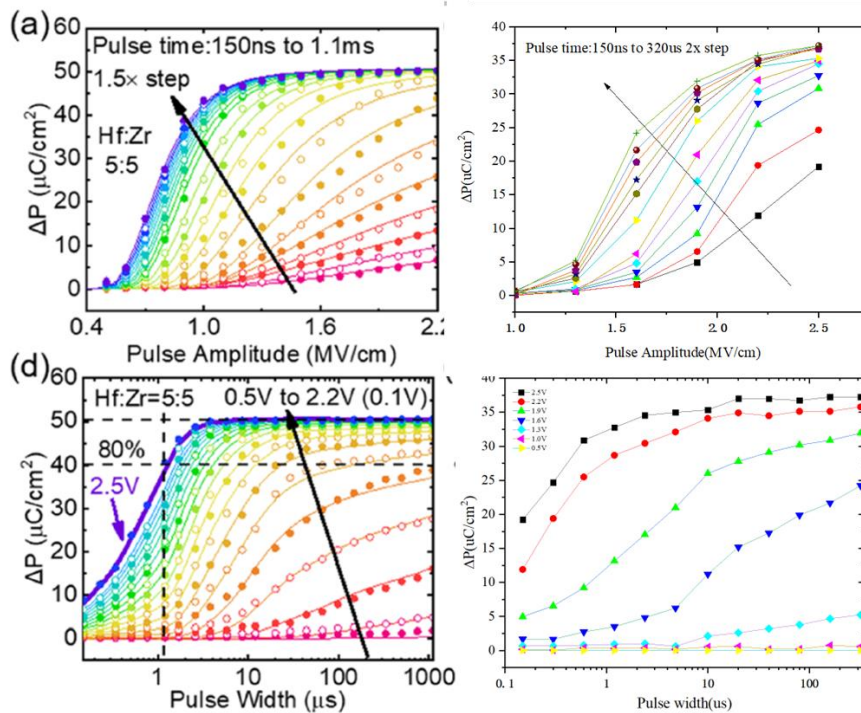


13

实测数据三：利用 PNPP 脉冲序列拟合 IFM model，进而探究 HfO_2 极化开关的动力学。

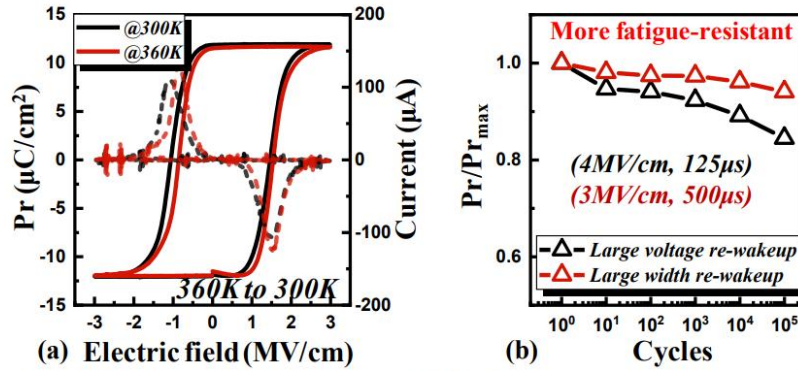
论文数据

实测重复数据



Appl. Phys. Lett. 114, 142902 (2019); doi: 10.1063/1.5093793

4.3.5 文献示例：



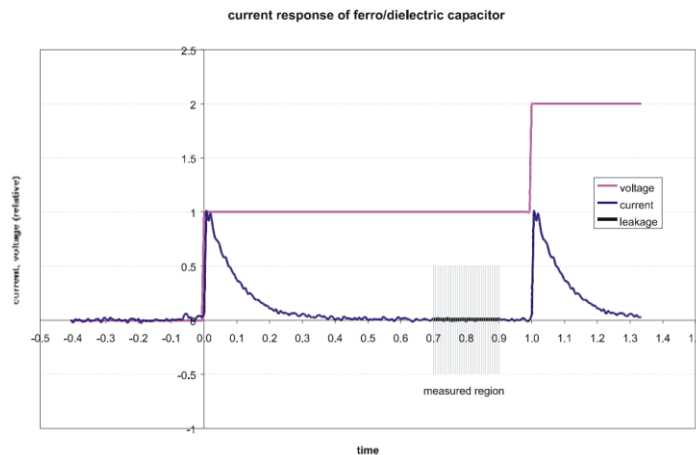
*Pre-cycling operation: Stage I& II (Fig.14) → measure @stage III

Fig. 15 (a) PUND read after re-wakeup at 360K and back to 300K. The MW of the device does not change with temperature. (b) Both voltage and pulse width increasing can make re-wakeup at 360K, the latter is more resistant to fatigue.

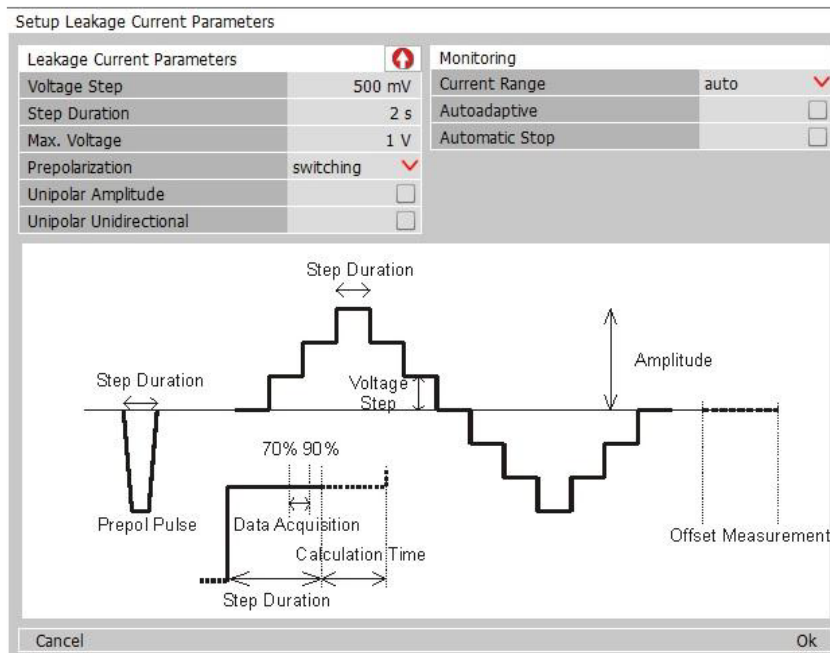
4.4 漏电流测试 LM

4.4.1 测试原理:

铁电材料作为电介质材料电容介质不可能绝对不导电，在测试中加上直流电压时，材料本身的电阻决定其会有漏电流产生。当漏电流太大时，其大小和极化翻转电流大小相当时会对材料和器件的性能产生影响，所以在测试过程中区分极化翻转电流和漏电流就成了表征材料性能的一个重要因素。漏电测试时电压以 step 的大小增大，然后再每个电压下保持一段时间(STEP duration)。在这一段时间中，极化翻转的电流是瞬时的，然后逐步减小。如下图所示，仪器监测最后 70%~90%的区间内电流大小。这个电流就去除了极化电流的影响。表征的就是材料的漏电流。



4.4.2 测试模式:



4.4.3 可变参数:

Voltage step 一般可以是 max 电压的 3%-10%。

Step duration: 根据极化翻转电流消失情况调整，薄膜材料要测好，需要 10s，陶瓷材料理论上不少于 100s。具体实验数据参照示例 2。

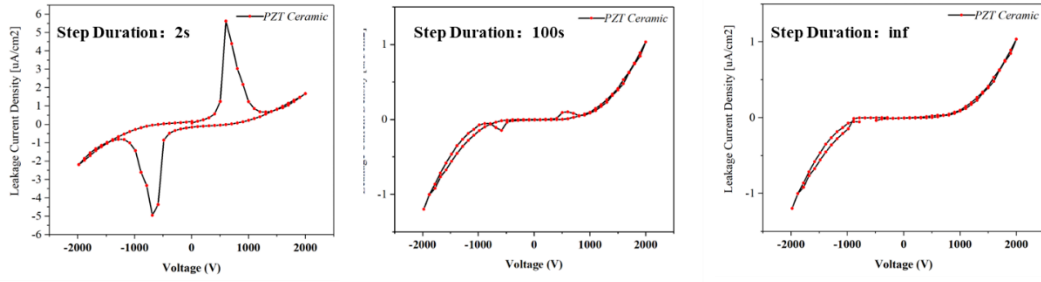
Max voltage : 和 DHM 电压一致。

Current range: 根据极化翻转电流大小调整，当测试结果显示 under range 时，则表示电压范围过大。一定要降低到 under range 消失。

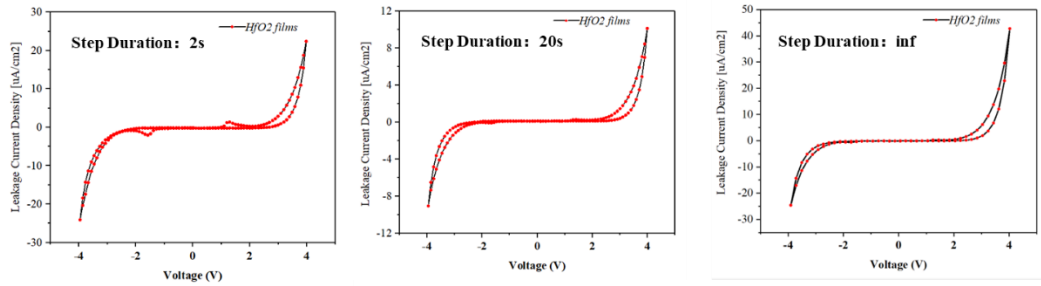
4.4.4 实测数据:

Leakage current

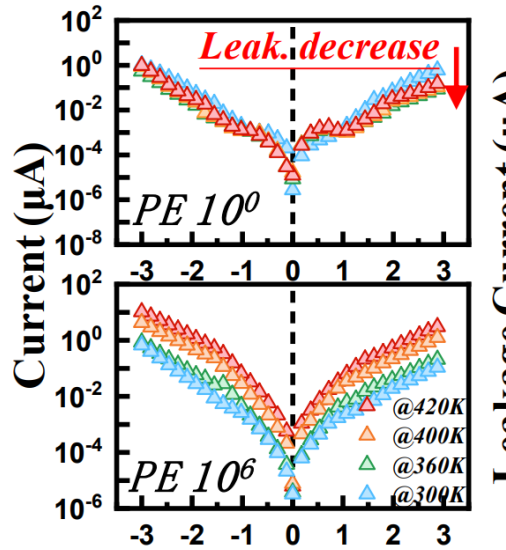
陶瓷



薄膜



4.4.5 文献示例：对比疲劳前后漏电流的差别



(a) Electric field (MV/cm)

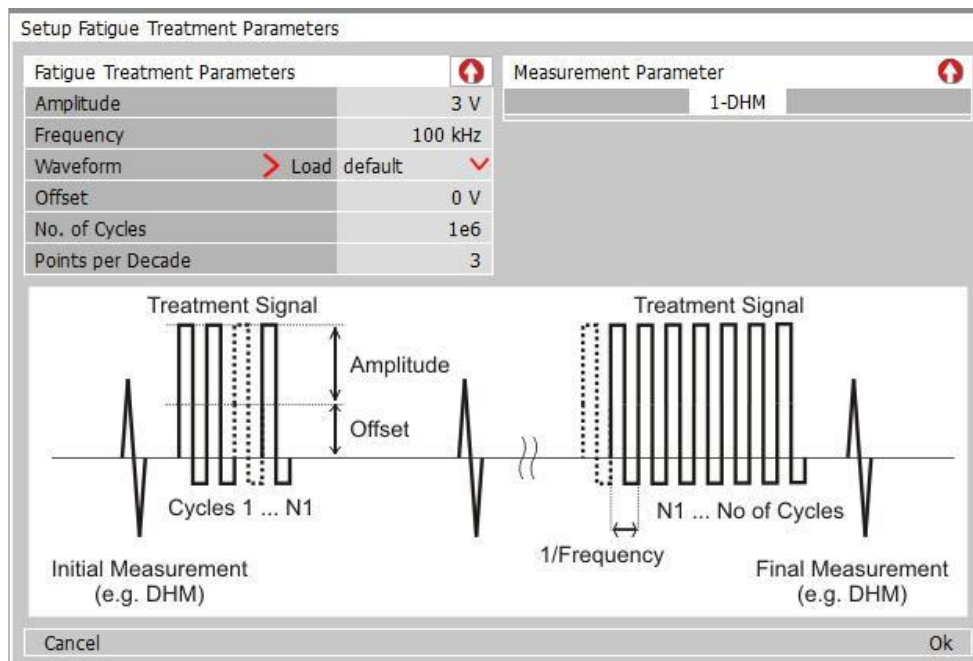
4.5、疲劳测试 FM

4.5.1 测试原理：

铁电存储器作为一种可行的存储方式，已经进行了广泛的研究后摩尔时代以来商业应用的替代方案。目前，铁电存储器的研发场主要集中在 HfO_2 基铁电薄膜的制备上，众多文献表明， HfO_2 薄膜的铁电性能随着厚度的减小不会消失。众多文献讨论了铁电性的控制和器件应用，其中铁电薄膜的疲劳特性是器运用的关键之一，详细测量样品的疲劳特性，如唤醒作用和疲劳机制。有助于其面向工业需求和运用。

铁电疲劳测试是通过给待测器件两端施加一定频率和振幅的方波脉冲，通过穿插在其中的读取电压，监测器件铁电性能的变化。其中疲劳的振幅和读取的振幅是独立的，可以根据矫顽场的大小调整。其次，读取的模式也是可以选择的：电滞回线（DHM）、脉冲测试（PUND）、电容测试（CVM）、漏电流测试（LM）等。

4.5.2 测试模式：



Amplitude: 根据材料矫顽场的不同选择。相同通常电压越小，疲劳特性越好，但如果电压小于矫顽场则不能使得极化翻转。对比实验参考实测数据一。

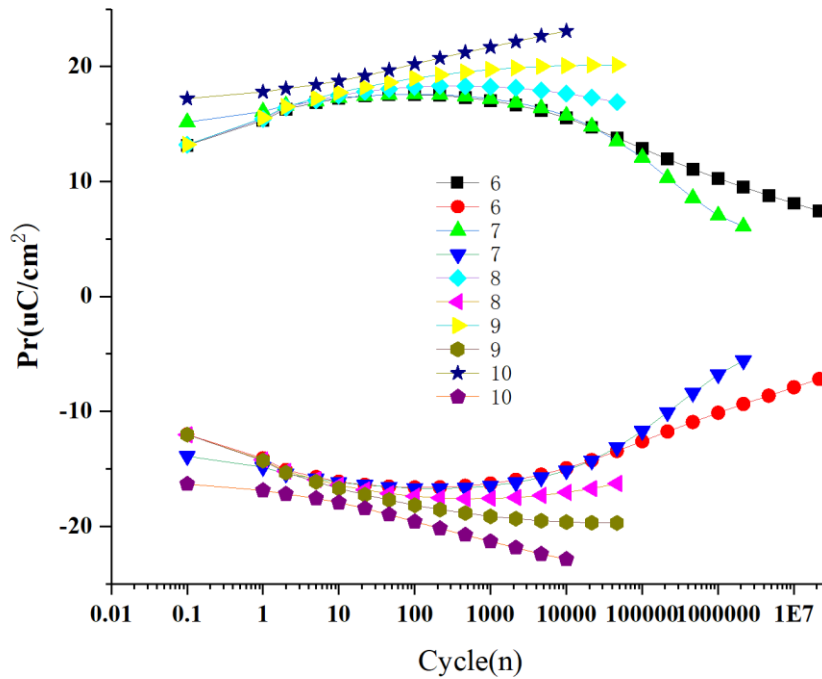
Frequency: 100kHz-16MHz 之间，频率一方面决定了测试的快慢，一方面决定了脉冲波形的长短。实测数据二通过示波器实测了不同频率下的脉冲宽度。

No.of averages :41

No.of cycles:

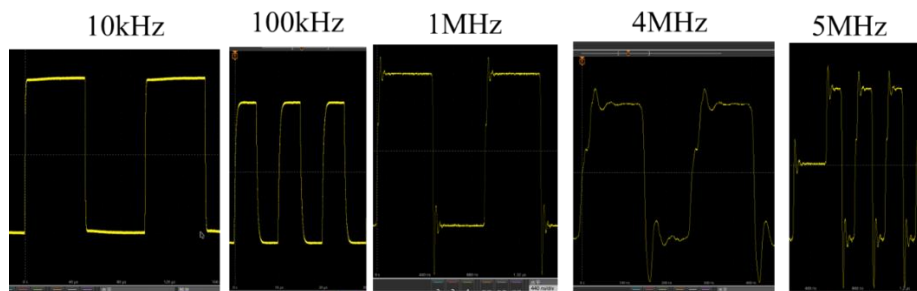
Current range: auto,或者根据材料电流大小选择

实测数据一:不同疲劳写入电压,相同的读取电压表征样品的疲劳。



实测数据二: 示波器监测输出方波脉冲, $1/\text{脉冲宽度} \times 2 = \text{频率}$ 。例如 1MHz 对应的脉冲就是 500ns。

另一方面可以看出,随着频率的增大,仪器的过冲和脉冲形变越来越明显。故而,当脉冲频率过大时,输出的疲劳波形可能会有失真。但,另一方面,文献报道的 HfO₂ 基铁电的疲劳已经突破 11 次方,超高的疲劳次数需要增大脉冲频率,不然测量时常会很很长。例如,10MHz 测量时,到 4.6×10^{11} 次方需要 15 小时,到 10^{12} 次方则需要 27 小时。降低频率,时常则会等比翻倍。



4.5.5 论文数据：论文表格中总结了目前 HfO₂ 基铁电疲劳特性的研究进展

Table 1
The comparisons of the recent research aiming to improve the fatigue-resistant properties.

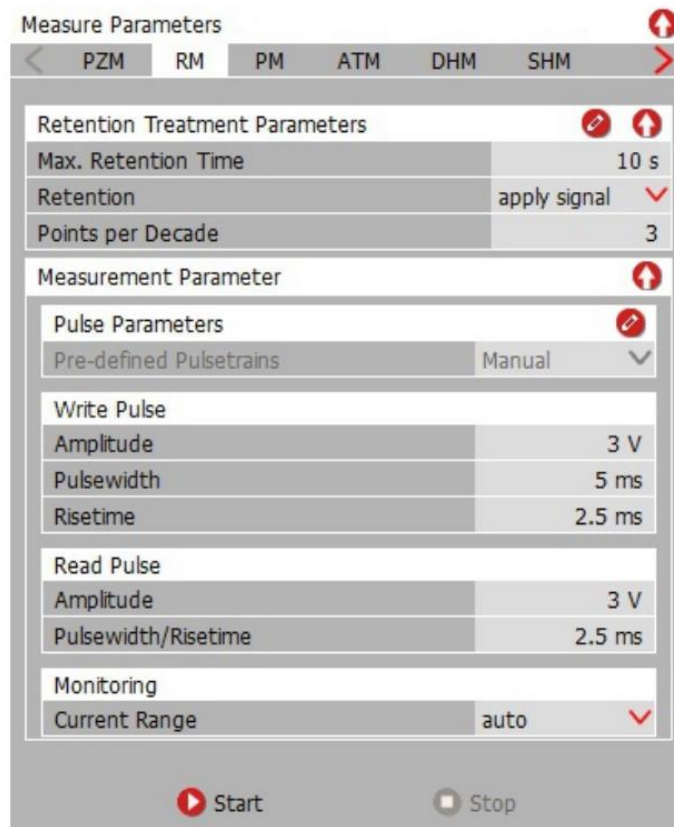
Structure	Strategy	Cycling frequency	Cycling voltage amplitude (MV/cm)	Endurance (cycles)	Remained P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)
TiN/(5 nm) HZO/TiN [110]	<i>in-situ</i> deposition	100 kHz	5 2.5	$>10^{10}$	9.1
Ru/(10 nm) HZO/Ru [98]	suppressed interfacial defects by Ru electrode	1 MHz	3.5 3.5	$<10^9$	15.1
TiN/(10 nm) La-doped HZO/TiN [74]	decreased E_c and leakage current by La doping	~ 830 kHz	2.5 2.5	$>10^{11}$	28 ($2P_r$)
TiN/(10 nm) HfO ₂ -ZrO ₂ /TiN [111]	improved interface quality by HfO ₂ -ZrO ₂ superlattice	\sim MHz	2 2	$>10^{11}$	10 ($2P_r$)
TiN/(10 nm) HZO/TiN [112]	regulated oxygen vacancies in HZO by adjusting Ti/N ratio	1 MHz	2.7 2.7	$>5 \times 10^{12}$	9.2
W/(7.5 nm) Y:HfO ₂ /CeO ₂ /W [113]	suppressive oxygen defects migration by CeO ₂ capping	200 kHz	2 V (cycling voltage)	$>10^{10}$	$>4 \times 10^9$
TiN/(5 nm) FE-HZO/(5 nm) AFE-HZO/TiN [101]	introduction of the tetragonal phase	50 kHz	2.5 2.5	$>10^{10}$	>10
TiN/(9 nm) Ce-doped HZO/TiN [100]	in-gap states facilitating electron injection in bulk films via Ce doping	5 MHz	3.3 3	$>10^{11}$	>17 (P_{90})
Au/(20 nm) HZO/(4 nm) Al ₂ O ₃ /TiN [114]	alleviative bias stress by Al ₂ O ₃ layer	100 kHz	6 V (cycling voltage)	$>2.2 \times 10^9$	7.9
Pt/(6.5 nm) HZO/LSMO/STO [115]	epitaxial growth of HZO	100 kHz	5.4 3.5	4×10^{10}	4.1 ($2P_r$)
TiN/(6 nm) HZO/TiN [116]	anti-ferroelectric HZO	1 MHz	4.5 2.7	$>10^{12}$	8.6
TiN/(4 nm) HZO/TiN [103]	thickness scaling	200 kHz	3 1.3	$>3.5 \times 10^{10}$	10.1
W/(5 nm) HZO/(0.5 nm) Al ₂ O ₃ /(5 nm) HZO/W [106]	interruption of leakage path at grain boundaries by inserting Al ₂ O ₃	500 kHz	3 V (cycling voltage)	10^{12} (TDDDB extraction)	$>10^{10}$

4.6 保持力测试 RM

4.6.1 测试原理


保持力测试是评估铁电器件性能的一个重要测试内容，其表征的是在单位时间内，样品极化随时间的稳定性。可通过施加偏置的脉冲，估计铁电材料的剩余Pr化的减少随时间的变化。在铁电器件的测量中，至少要监测样品铁电性能到10000s以上。

4.6.2 测试界面



4.6.3 参数修改

Max.Retetion Time:10000s(保持时常)

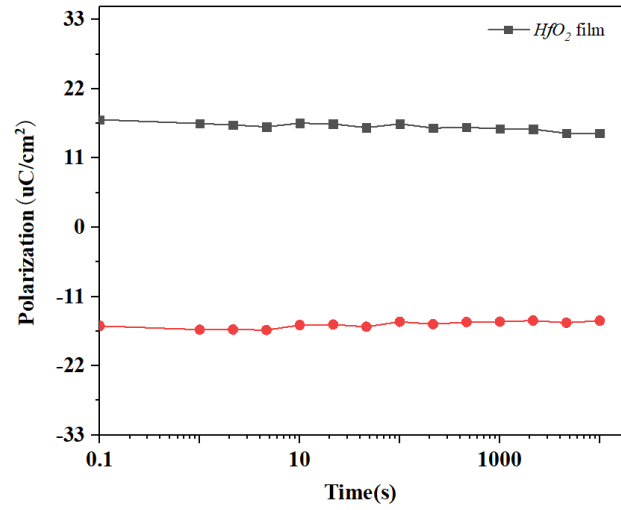
Retention: 有两种选择，一种是 applied signal ，选择以后可以通过红色的  按钮，编辑施加波形。另一种是 short，短路测试。

Pluse Parameters: 参照 PUND 测试，然后复制过来。

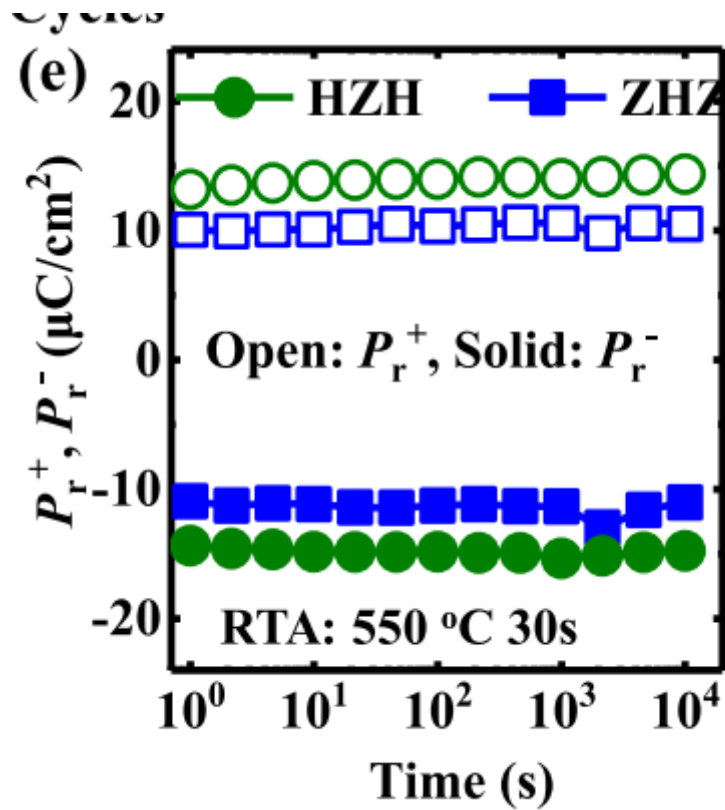
温度: 可以设置样品的保持温度，通常 HfO2 样品在 85° 以上的高温时，疲劳特性和保持特性都会有一定的下降。

4.6.4 实测数据

实测案例：某样品的 40° 下的保持特性。



4.6.5 论文数据



4.7 压电测试 (PZM)

4.7.1 测试原理

铁电材料都具备压电特性，对样品施加电压能够产生形变，称为逆压电效应。样品形变后会在上下表面积累电荷。称为压电效应。其中衡量压电效应的系数称为压电系数 d 。 d 为一个矢量值，和方向有关，其中 d_{33} 为竖直方向上的压电系数。压电测量模块(PZM)主要是监测样品随电压变化后的滞后行为，在施加电压的同时通过激光干涉仪监测样品的形变量。这种组合允许在硬件有限范围内对迟滞回路和压电或电伸缩位移的频率依赖性进行舒适和全面的研究。

激光干涉仪的检测精度能到达到 **nm 级别**，所以能够表征块体材料的形变量，但是对于薄膜样品，激光干涉仪则无法表征。薄膜样品的 d_{33} 表征可以通过原子力获得。

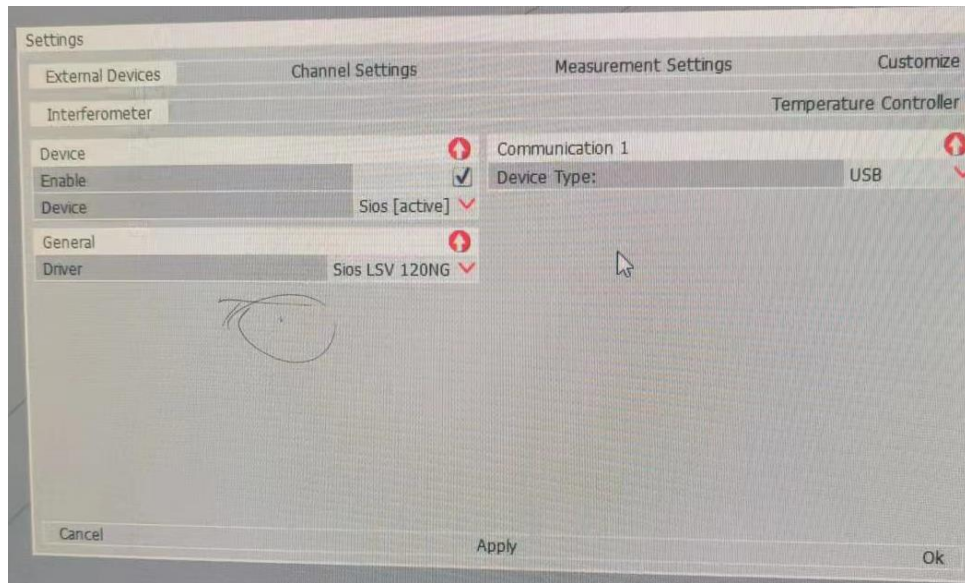
4.7.2 测试界面

第一步：将硬件连线接好，PZM涉及到以下硬件：激光干涉仪、高压放大器、铁电分析仪、测试夹具。激光控制器的开关是左边黑色的圆形按钮。

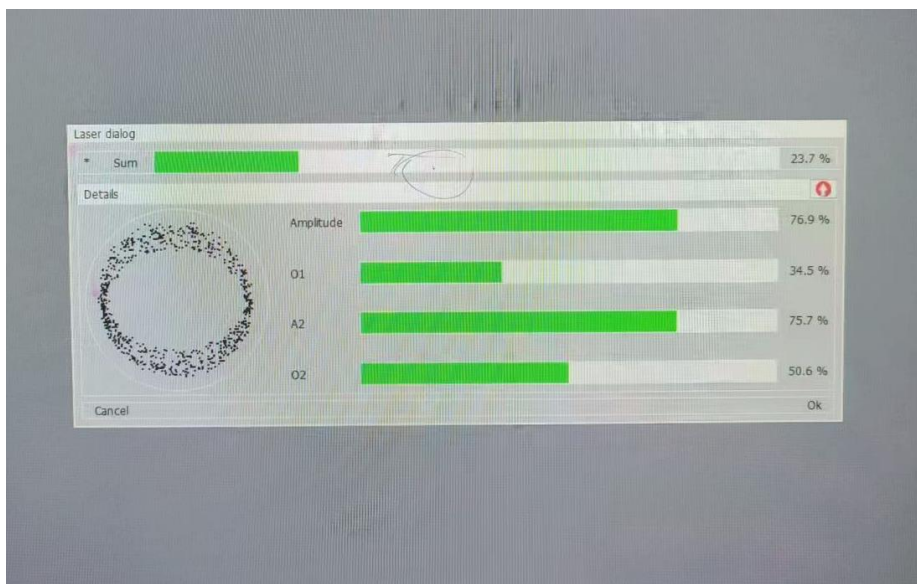


第二步：在菜单栏里的Tools里设置好硬件高压放大器：Settings --->>> Channel Settings 下。：将Voltage Monitor 选到TREK 610E 或者10kV，将Voltage Output 选到相同的TREK 610E 10kV，点击Apply，并点击OK 确认；

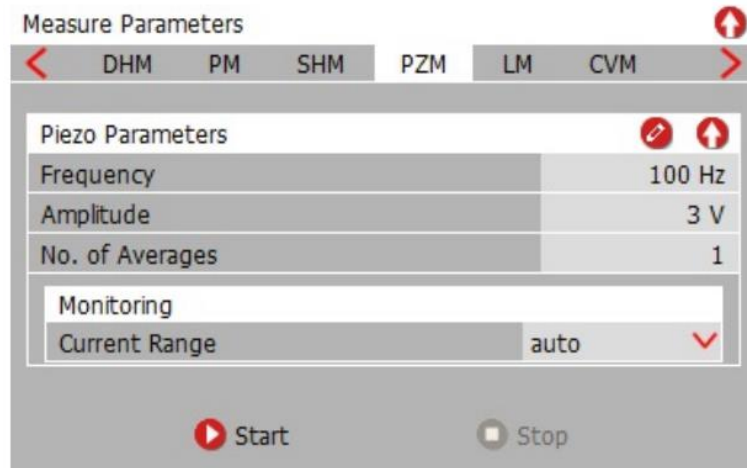
激光干涉仪：Settings --->>> External Devices>>>interferometer, 勾选 enable, 点击 Apply, 并点击 OK 确认。



第三步：调节激光干涉仪：在 Tools 里选择 Interferometer Signal Monitor 调出激光调节界面，手动移动夹具的位置，确保 sum 值能够达到 40 以上。

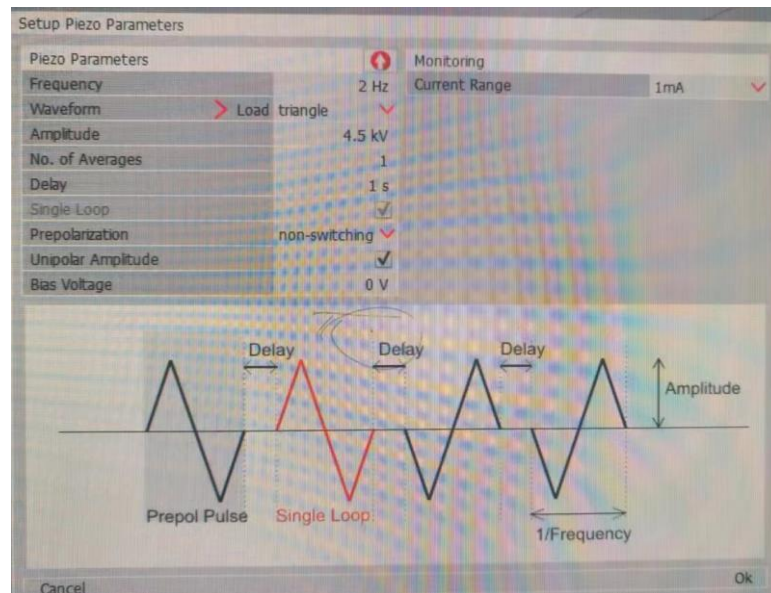


第四步：在测试模式里面选择 PZM，输入好测试参数，开始测试。



4.7.2 参数修改

点击红色的  按钮，可调查具体参数界面



大多数参数都可参照 DHM 设置。强调两个特殊的点：

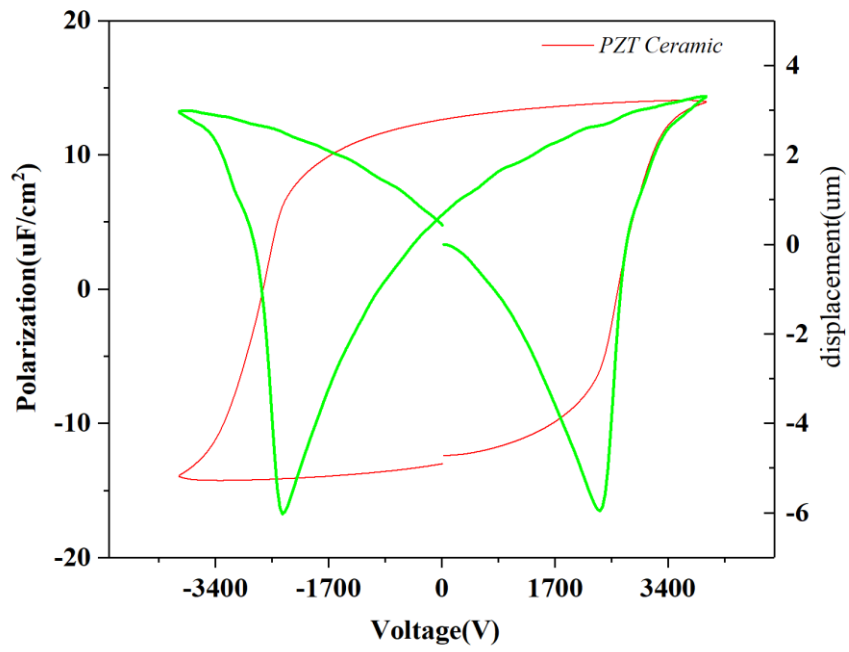
Single Loop：一般勾选上，因为三次测量会导致数据显示很冗余。

Unipolar amplitude：勾选上则是单向的。一般测 strains 的时候会勾选上。

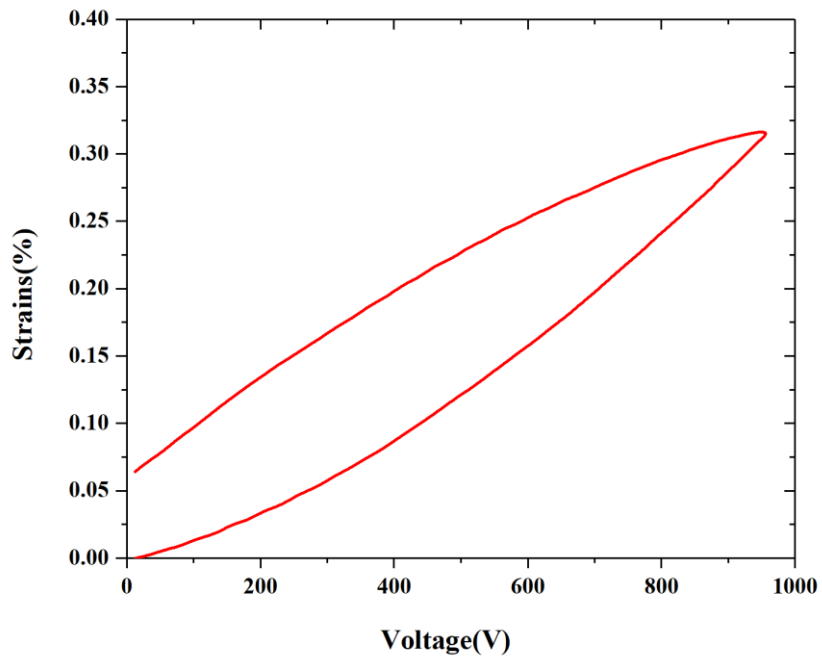
纵坐标选择：一般会选择 Strains 和 displacement

4.7.3 实测数据

实测数据一：PZT 陶瓷片的极化应变曲线。



实测数据二：PZT 陶瓷片的单极 strains 曲线



4.7.5 参考文献

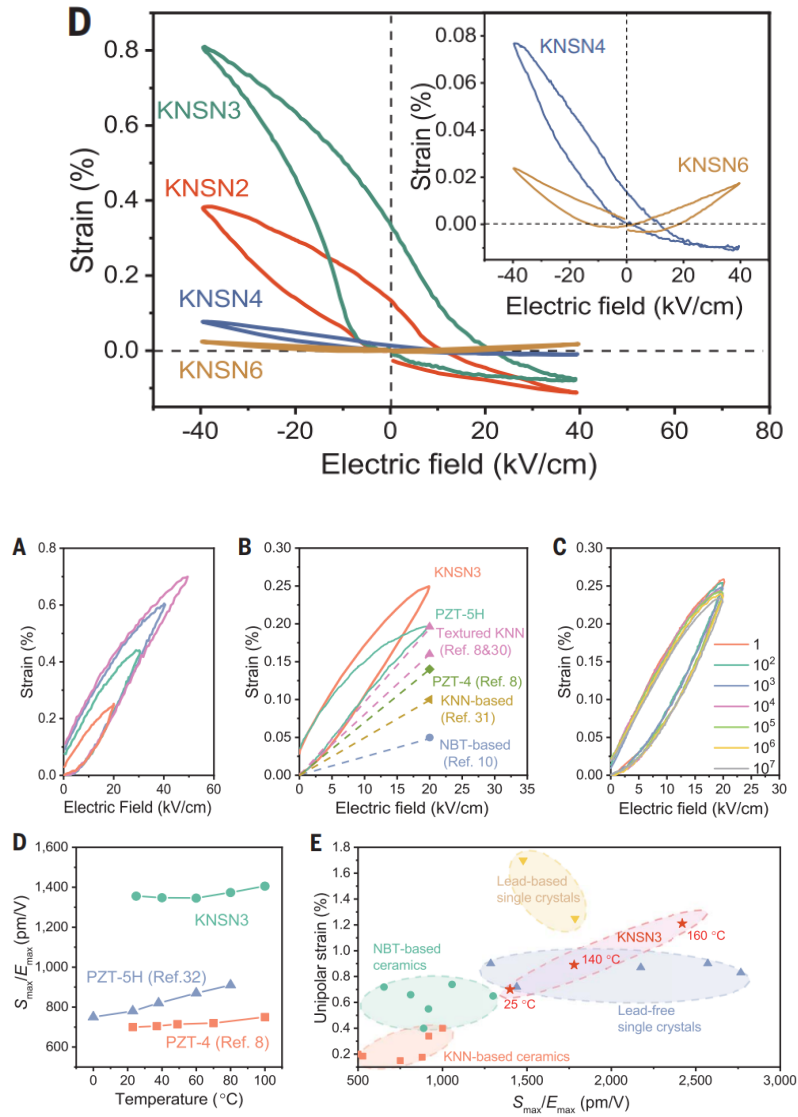


Fig. 4. Excellent electrostrain properties of KNSN3. (A) Unipolar strains of KNSN3 at electric field from 20 kV/cm to 50 kV/cm. (B) Comparison of unipolar strain at 20 kV/cm among piezoceramics (8, 10, 30, 31). (C) Unipolar 20 kV/cm fatigue at room temperature. See table S4 for details of fatigue and test conditions. (D) Thermal stability comparison between KNSN3 and commercial lead-based ceramics (8, 32). (E) Unipolar Strain performance comparison among representative piezoelectrics with giant electric-field-induced strains (1, 2, 7, 9–11, 19, 23, 33–38).

Huangfu et al., Science 378, 1125–1130 (2022)

4.8 变温测试

4.8.1 变温原理

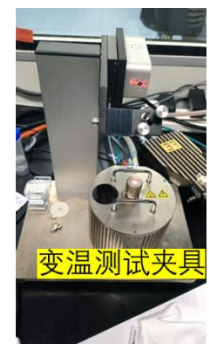
环境温度对材料的晶体结构也有影响，可使内部自发极化发生改变，尤其是在相界面（晶型转变温度点）更为显著。若温度超过居里温度，铁电性消失。

对于铁电陶瓷而言，从高温降温经过 Θ_c 时，要经过一个从非铁电相(有时称顺电相)到铁电相的结构相变。温度高于 Θ_c 时，晶体不具有铁电性，温度低于 Θ_c 时，晶体呈现出铁电性。通常认为晶体的铁电结构是由其顺电结构经过微小畸变而得，所以铁电相的晶格对称性总是低于顺电相的对称性。

另一方面，对于铁电存储器件而言，较宽的温度域内铁电极化能够稳定的保持住是其作为器件运行的关键，所以 HfO_2 基的材料会加热后测量其性能。

故而，薄膜材料和块体材料的变温铁电性能表征是凸显其性能的一个关键因素之一。仪器针对块体和薄膜有不同的变温测试方案。

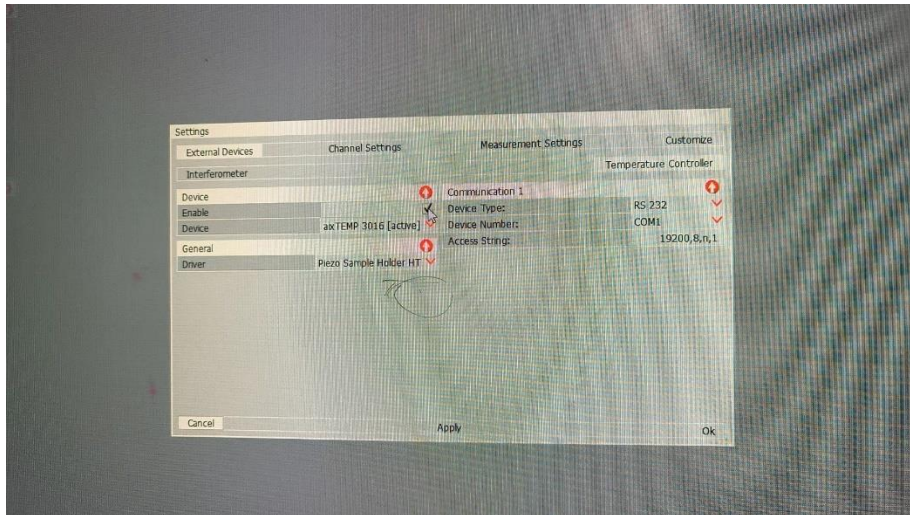
4.8.2 块体变温测试



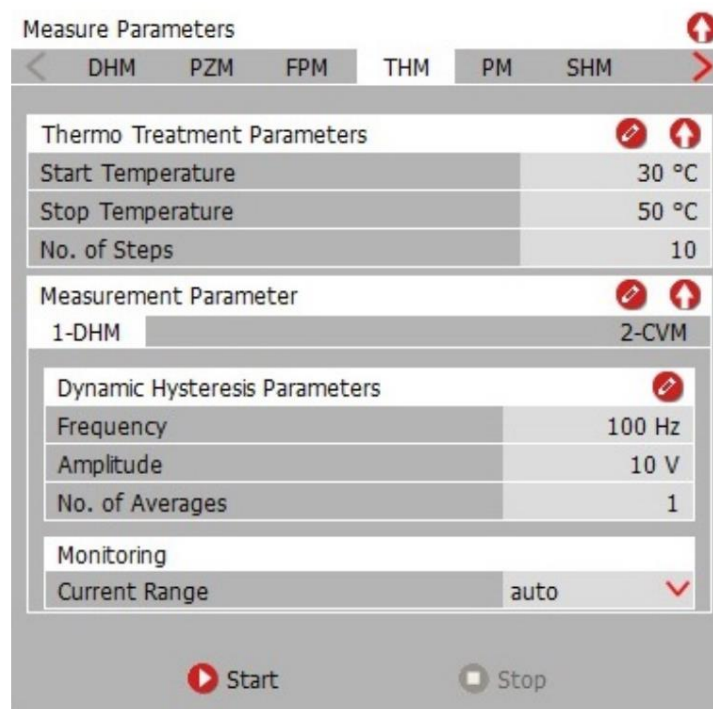
块体变温测试采用的是厂家提供的变温测试夹具兼容压电测试模块。能够支持 25—600°C 内的变温。测试前需要和 PZM 测试一样先添加硬件：

在菜单栏里的 Tools 里设置好硬件变温测试模块：Settings --->>> Channel Settings 下。:: Settings --->>> External Devices>>>temperature controller, 勾选 enable, 点击Apply, 并点击OK 确认。


温度控制器的开关是左边绿色的方形按钮。



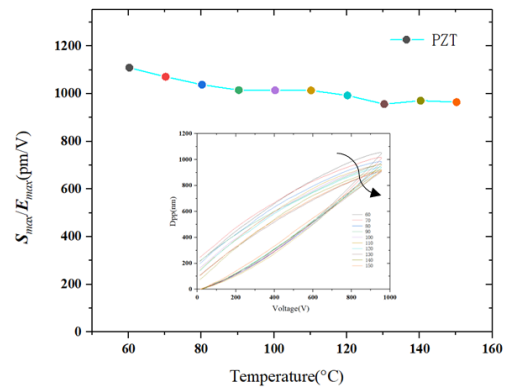
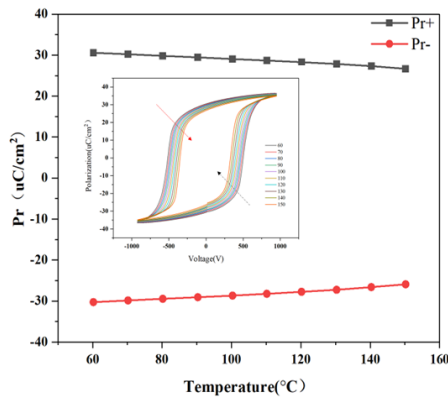
软件测试界面如下图所示。



块体变温测试夹具之前在 PZM 中介绍过，使用过程中需要有上下电极，并在样品槽中放满硅油。

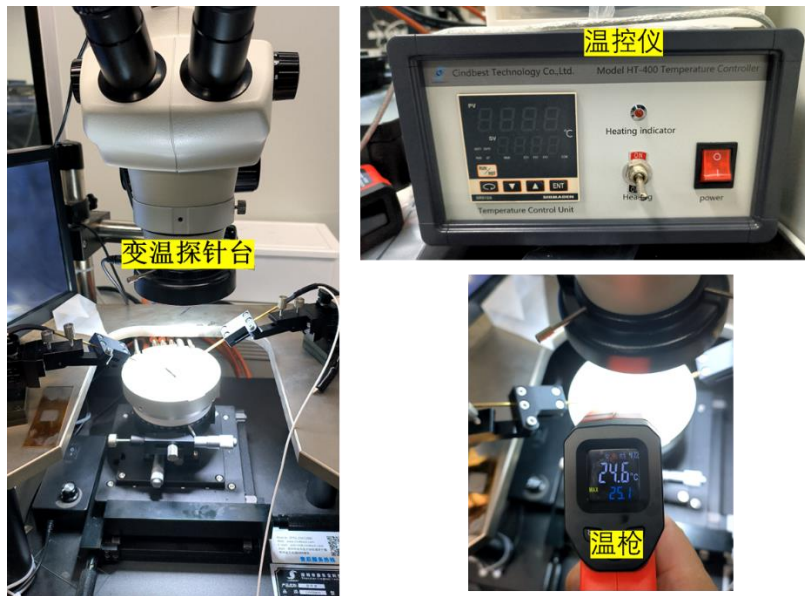
变温测试模块的外部循环设置很简单，只需要开始温度和终止温度，以及温度步长。其只是提供一个外部环境，具体测什么还是需要由内部的功能模块决定。通过点击 **measurement parameter** 的红色的  按钮，可调出具体测测试模块，可支持，C-V 测试，P-V 测试，L-V 测试，F-V 测试、PZM 测试等。故而测试的项目会很丰富。通过调节坐标轴，还能显示不同的统计值。

实测案例一：PZT 陶瓷片 60-150 摄氏度的极化和应变随着温度变化曲线。



4.8.3 薄膜变温测试

薄膜变温测试则没有采用厂家的变温台，而是国产的变温样品台。其变温不能由软件控制只能是手动控制或者是通过其他软件控制。

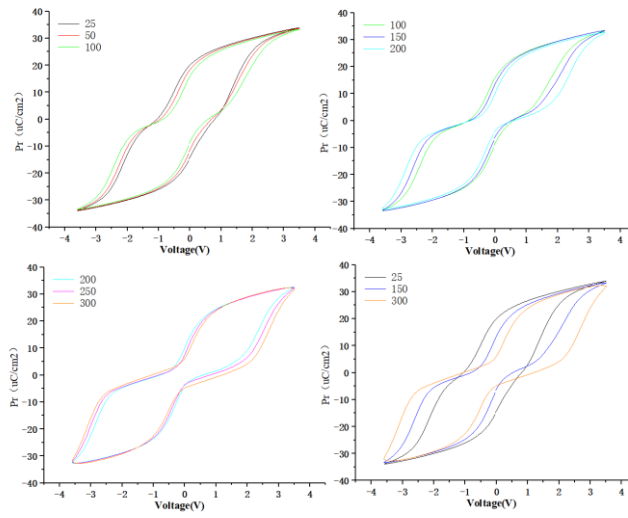


薄膜变温的硬件部分主要由：变温探针台，温控仪组成，以及可以用温控仪监测温度。使用时，在温控仪上设置好温度，然后打开 heating 的开关就行。

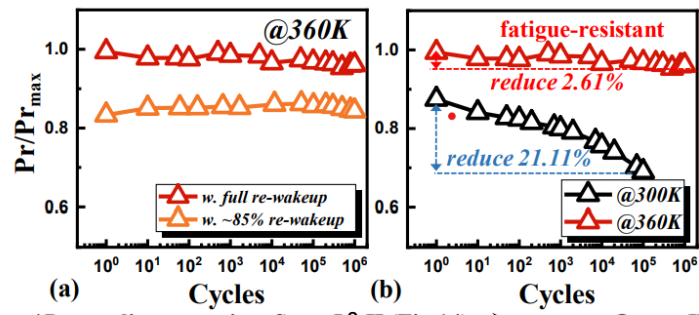
温控仪的温度控制范围在 0.1°C ，但探针台的温度传感器在样品的托盘下面，和样品台表面有一定的距离，所以样品台表面的温度会比显示的温度低 $5-8^{\circ}$ 左右。故而在设置温度时会比预设温度高 5° 左右。在测试过程中可以通过温枪监测样品台表面的温度，确保温度达到设定值。

当温度稳定以后则可以开始完成各种模式的测试，C-V 测试，P-V 测试，L-V 测试，F-V 测试等。

实测案例二： HfO_2 基薄膜随着温度变化从铁电相向反铁电相的转变



4.8.5 论文案例



*Pre-cycling operation: Stage I& II (Fig.14) → measure @stage III

Fig. 16 MW stability at different (a) re-wakeup degrees, and (b) temperatures.

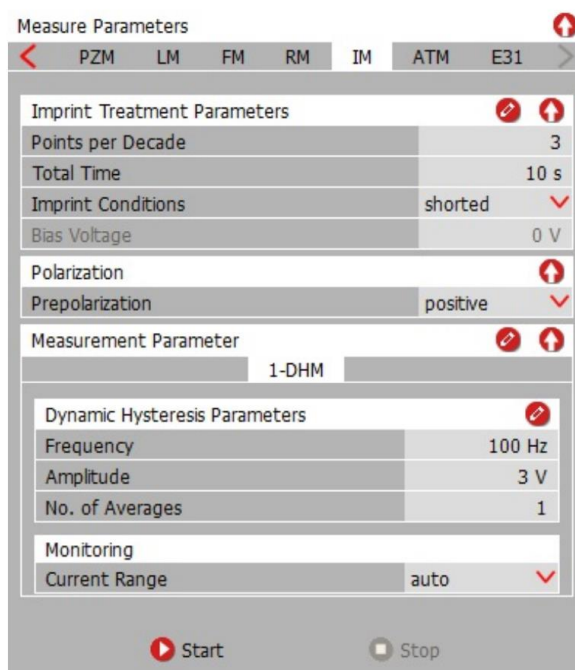
4.9 印迹测试 IM

4.9.1 测试原理

铁电薄膜的矫顽场 (V_{c+} 和 V_{c-}) 一般是左右对称, 且大小稳定的。用于非易失性存储器的铁电薄膜必须具有稳定的铁电翻转性质。而在实验中, 研究者发现由电极注入的电荷却会在铁电薄膜中产生一个内建电场, 阻碍铁电偶极子的翻转, 我们称这种现象为“印记效应”。在印记效应的作用下, 铁电薄膜的极化翻转会受到阻碍, 表现为矫顽场的漂移和铁电翻转时间增加, 同时, 剩余极化强度也会随之减小。

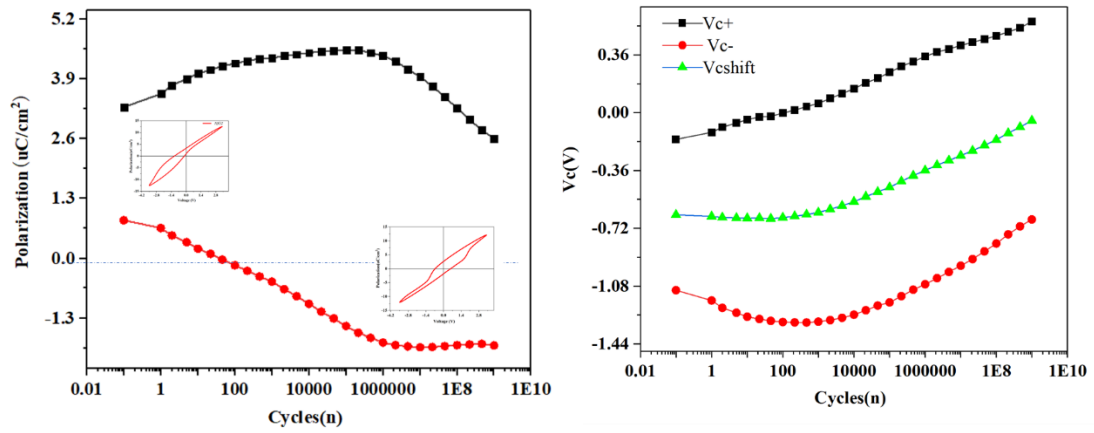
以上各效应都会影响存储器的性能: 一旦矫顽场漂移超过了存储器的“0”态和“1”态的阈值电压, 会产生数据读写错误, 而剩余极化强度的衰减会减弱存储信号, 增加数据读出的错误率。无机铁电材料印记效应的研究比较广泛, 大多数研究者认为, 造成印记效应的内建电场来源于缺陷偶极子产生的氧空位”或是电极-铁电层界面聚集的电荷。对有机铁电材料的印记效应则相对较少。

4.9.2 测试界面

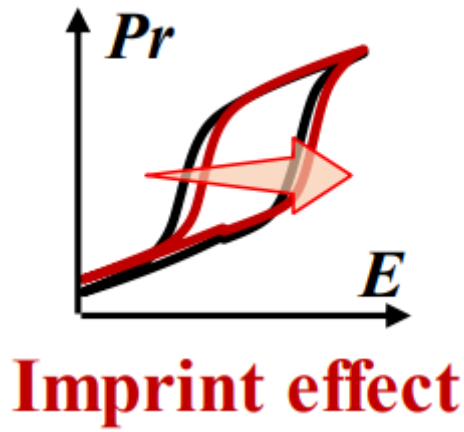


4.9.3 实测数据

实测数据一：样品在疲劳过程中矫顽场的偏移



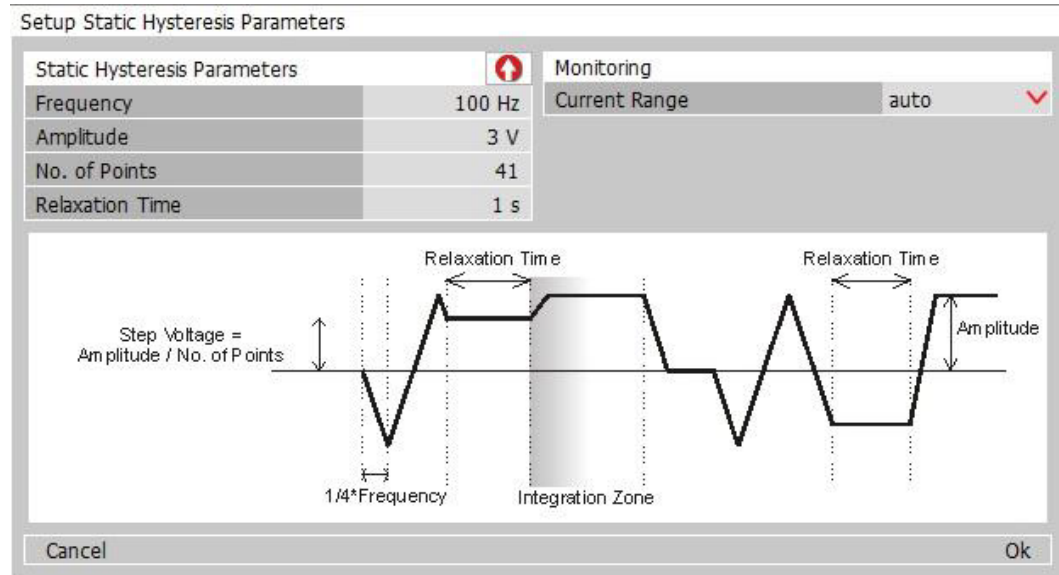
4.9.5 论文数据



4.10 静态电滞回线 SHM

原理：此模式通过施加周期性的电压波形（常用三角波）的基础上，增加一个 Relaxation Time，可获取的极化值增大。

测试模式：



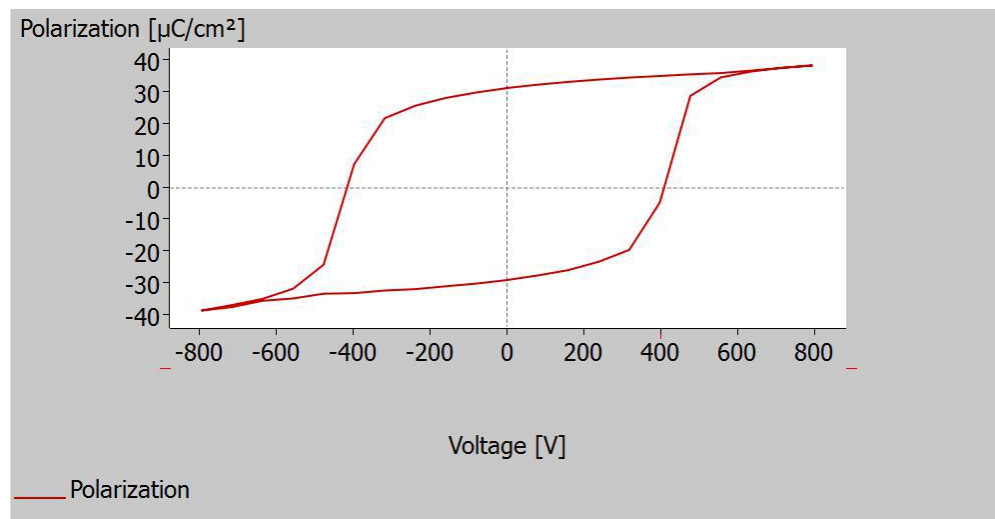
Frequency: 1mHz -250kHz (一般块体 10Hz 以内，薄膜 100Hz 以上)

Amplitude: 10V (需要大于材料的矫顽场)

No.of averages :41

Relaxation Time:1s (通常选 1s)

Current range: auto,或者根据材料电流大小选择



七 常见问题及处理模块所表征的物理

- 1、独立使用资格：经过培训考核后方能上岗操作该仪器，需要表征的样品量大且需要经常测试，可申请培训。