

Разработка бесконтактного метода измерения проводимости тонких пленокБ. Д. Зайцев¹, А. М. Шихабудинов^{1,*}, А. А. Теплых¹, И. Е. Кузнецова²¹*Саратовский филиал Института радиотехники и электроники имени В. А. Котельникова РАН, Россия, 410019, Саратов, ул. Зеленая, д. 38*²*Институт радиотехники и электроники имени В. А. Котельникова РАН, Россия, 125009, Москва, ул. Моховая, д. 11, кор. 7*

(Статья поступила 13.11.2014; Подписана в печать)

Экспериментально показана возможность измерения поверхностной проводимости тонких проводящих пленок при помощи линии задержки на основе пластины Y–X ниобата лития, в которой распространялась акустическая волна с поперечно-горизонтальной поляризацией нулевого порядка (SH_0). Указанная линия задержки, включающая два встречно-штыревых преобразователя (ВШП), подключалась к измерителю S-параметров типа E5071C, который позволял измерять полные потери и фазу выходного сигнала. Было установлено, что при расположении над поверхностью линии задержки между ВШП диэлектрической пластины с тонкой проводящей пленкой полные потери и фаза выходного сигнала меняются, причем степень изменения уменьшается с ростом зазора между ними. В качестве исследуемых проводящих пленок использовались тонкие пленки хрома и алюминия. Проводимость получаемых проводящих пленок менялась в пределах $1\text{--}10^{-6}$ С и определялась при помощи модернизированного четырехзондового метода. На основе экспериментальных данных была построена калибровочная зависимость разности фаз выходного сигнала от поверхностной проводимости пленки при величине зазора между стеклянной пластинкой и звукопроводом порядка 100 мкм. Калибровочная зависимость оказалась близкой к линейной с наклоном порядка 120 град/С. Рассмотренный метод может найти применение для измерения проводимости таких пленок, контакты к которым невозможно изготовить или эти контакты могут существенно повлиять на проводимость пленки.

PACS: 43.20.+g УДК: 534.21

Ключевые слова: Акустические волны в пластинах, пьезоэлектрическая пластина, проводимость тонких пленок, бесконтактные методы измерения проводимости пленок, фаза выходного сигнала.

ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки являются объектом повышенного и возрастающего внимания исследователей и разработчиков вследствие широких направлений их практического использования, особенно в электронике. Тонкопленочные элементы и покрытия широко используются как при разработке сенсоров широкого спектра назначения, приборов микроэлектроники, электрохромных устройств, суперконденсаторов, фотоэлектрохимических преобразователей солнечной энергии, так и для предотвращения коррозии, повышения износоустойчивости различных поверхностей и улучшения внешнего вида различных изделий. Тонкие пленки также представляют собой интерес как наноразмерные объекты, в связи с чем их изучение может стать актуальным и в области нанотехнологии. Кроме того тонкие пленки позволяют разрабатывать новые экспериментальные методы электрохимии, электроанализа и сенсорики [1]. Следует также отметить, что в настоящее время активно ведутся работы по синтезу и получению новых материалов обладающих заданными характеристиками, а также проводятся исследования возможности изменения этих характеристик под воздействием внешних факторов (электрических, магнитных, а так-

же акустических полей, температуры, освещения, давления и т. д.) [2–5]. При этом, как правило, часто такие материалы используются в качестве тонкопленочных элементов. Широко известно, что для большинства материалов их характеристики в виде тонких пленок и в объемном состоянии могут сильно отличаться. В то же время, очевидно, что для полноценного использования тонких пленок в различных областях электроники необходима полная информация об их материальных константах и физических параметрах, в частности, электрической проводимости. Следовательно, необходимы новые методы определения характеристик исследуемых материалов в виде тонких пленок. Разнообразные существующие способы в области резистометрии основанные, как правило, на создании хорошего электрического контакта между поверхностью пленки и измерительными элементами (электродами, зондами и т. д.) часто могут быть не приемлемы, поскольку их использованием может менять свойства пленки. Ранее теоретически была показана возможность бесконтактного определения поверхностной проводимости тонких проводящих пленок [6] с помощью акустических волн в пьезоэлектрических пластинах. Настоящая работа посвящена практической реализации этого бесконтактного метода на примере тонких металлических пленок.

*E-mail: alex-sheih@yandex.ru

1. ПОЛУЧЕНИЕ ИССЛЕДУЕМЫХ ПЛЕНОК И ИЗМЕРЕНИЕ ИХ ПРОВОДИМОСТИ СТАНДАРТНЫМ МЕТОДОМ

В качестве исследуемых пленок использовались тонкие пленки алюминия и хрома, которые наносились на плоскопараллельную стеклянную подложку путем распыления указанных металлов в вакууме из вольфрамовых корзинок. В качестве подложек использовались образцы лабораторного стекла прямоугольной формы с размерами $26,8 \times 46$ мм и толщиной 1,26 мм. Размеры подложки определялись геометрией используемой линии задержки. Для получения пленок с различной толщиной и, соответственно, с разной поверхностной проводимостью в процессе напыления использовалось разное время распыления металла. Для измерения проводимости полученных пленок использовался стандартный четырехзондовый прибор для измерения поверхностной проводимости RM3000 (компании JANDEL). Кроме того, использовался модифицированный четырехзондовый измеритель, предполагающий наличие двух прямоугольных электродов, расположенных по всей ширине подложки, к которым прикладывалось электрическое напряжение, изменяющееся в определенных пределах для обеспечения поверхностного тока по всей ширине пленки между электродами. К пленке между электродами прикладывались два зонда с известным расстоянием между ними для измерения разности потенциалов между ними. В результате было установлено, что проводимость полученных пленок менялась в пределах от 1 С до 1 мкС.

2. ОПИСАНИЕ ИСПОЛЗУЕМОЙ ЛИНИИ ЗАДЕРЖКИ

На втором этапе эксперимента исследовались зависимости фазы выходного сигнала и полных потерь линии задержки от зазора между сторонами линии задержки и стеклянной подложки с проводящей пленкой. Линия задержки представляла собой пластину из ниобата лития (LiNbO_3) толщиной 0,2 мм и поперечными размерами 22×52 мм. Пластина, нормаль к которой была ориентирована вдоль оси X , была закреплена в специальной опорной рамке (рис. 1). Опорная рамка была изготовлена из акрилового плексигласа с толщиной 6 мм, размерами 60×80 мм снаружи и 18×48 мм изнутри соответственно. Нижняя поверхность пластины ниобата лития, содержащая два встречно-штыревых преобразователя, была приклеена краями по всему периметру к опорной рамке таким образом, что обе стороны пластины между встречно-штыревыми преобразователями (ВШП) были механически свободными.

Каждый ВШП состоял из пяти пар расщепленных электродов с апертурой 8 мм и периодом 1,2 мм. Расстояние между ВШП было 27 мм. Эти преобразователи возбуждали и принимали SH_0 волну, которая распространялась вдоль кристаллографической оси X . Рабо-

чий диапазон частот составлял 2,6–3,8 МГц. Противоположные края пластины имели волнообразную форму с глубиной $\sim \lambda/2$ (где длина волны $\lambda = 1,2$ мм) для предотвращения переотражений волны (рис. 1). Выбор ориентации пластины, ее толщины и рабочей частоты волны определялся необходимостью получения значительного коэффициента электромеханической связи, который для данной кристаллографической ориентации, рабочей частоты волны и толщины пластины составлял $\sim 30\%$ [7].

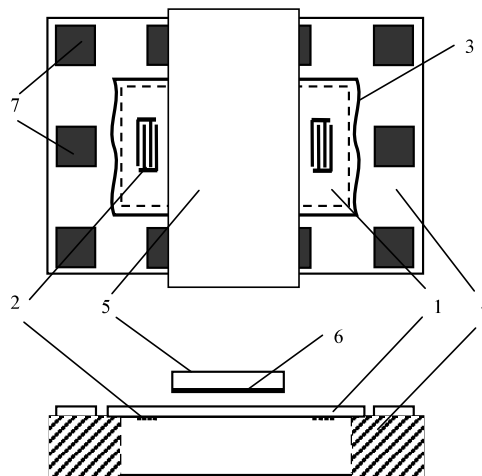


Рис. 1: Линия задержки с исследуемым образцом: 1 — пластины Y–X ниобата лития, 2 — встречно-штыревой преобразователь, 3 — волнообразные края пластины для снижения отражений, 4 — опорная рамка, 5 — подложка, 6 — пленка металла, 7 — опорные кремниевые образцы

Сначала были исследованы частотные характеристики линии задержки без исследуемых образцов. Измерения показали, что полные потери составляют 24 dB на центральной частоте 3,3 МГц. Измерения в импульсном режиме показали, что мощность основного сигнала превысила все паразитные сигналы более чем на 30 дБ. Это позволило провести измерения в непрерывном режиме используя анализатор цепей Agilent E5071C (Agilent Technologies Inc.). На рис. 2а и 2б представлены частотные зависимости полных потерь и фазы выходного сигнала исследуемой линии задержки, соответственно.

Видно, что в рассматриваемом частотном диапазоне фаза выходного сигнала линейно зависит от частоты, что также подтверждает отсутствие паразитных переотраженных сигналов значительной амплитуды.

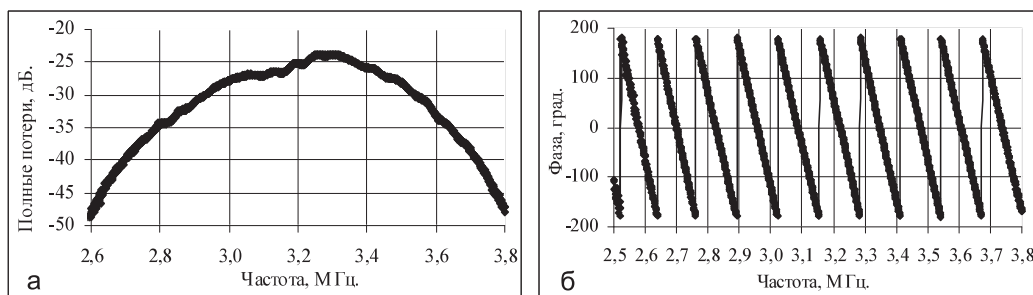


Рис. 2: Частотные зависимости полных потерь (а) и фазы (б) линии задержки без подложки с проводящей пленкой

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗЫ И ПОЛНЫХ ПОТЕРЬ ВЫХОДНОГО СИГНАЛА В СТРУКТУРЕ «ЛИНИЯ ЗАДЕРЖКИ–ВОЗДУШНЫЙ ЗАЗОР–ПОДЛОЖКА С ПРОВОДЯЩЕЙ ПЛЕНКОЙ» ПРИ ИЗМЕНЕНИИ ШИРИНЫ ЗАЗОРА И ПРОВОДИМОСТИ ПЛЕНКИ

На следующем этапе диэлектрическая пластина с проводящей пленкой располагалась над поверхностью линии задержки между ВШП с некоторым зазором (рис. 1), и измерялись полные потери и фаза выходного сигнала при изменении ширины этого зазора. Необходимая величина указанного зазора обеспечивалась с помощью специально изготовленного микрометрического устройства с точностью 1 мкм. Устройство, в свою очередь, позволяло соблюдать условие параллельности поверхности пластины линии задержки и подложки с пленкой в ходе эксперимента. Измерения проводились на фиксированной частоте, которая соответствовала минимальным потерям выходного сигнала. На этой фиксированной частоте проводились все измерения для исследуемого образца, а именно регистрировались значения фазы и полных потерь выходного сигнала для каждого выбранного значения ширины зазора между поверхностью линии задержки и подложкой. Результаты измерений позволили построить зависимость разности фаз выходного сигнала линии задержки от ширины указанного зазора для пленок с различной проводимостью. Для этих зависимостей, представленных на рис. 3, была сделана нормировка, для которой разность фаз при зазоре 10 мкм приравнивалась к нулю. Видно, что с ростом ширины зазора разность фаз монотонно увеличивается и стремится к некоторому насыщению. При этом, разность фаз увеличивается с ростом проводимости пленки.

Соответствующая зависимость разности фаз от проводимости для значений ширины зазора 10 и 100 мкм, представлена на рис. 4. На графике отчетливо видно, что данная зависимость близка к линейной с наклоном порядка 120 град/С.

Эта зависимость позволяет сформулировать методику измерения поверхностной проводимости пленки. В соответствие с этой методикой измеряется разность фаз выходного сигнала для значений ширины зазора 10 и 100 мкм. Затем, рассматривая график на рис. 4, как градуировочную кривую, по известной разности фаз

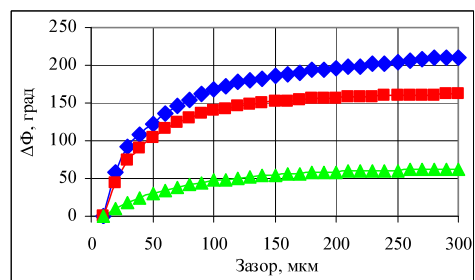


Рис. 3: Экспериментальные зависимости разности фаз от ширины зазора между поверхностью линии задержки и пленкой для пленок с проводимостью: 1 — 1 С, 2 — 23×10^{-3} С, 3 — 10^{-6} С

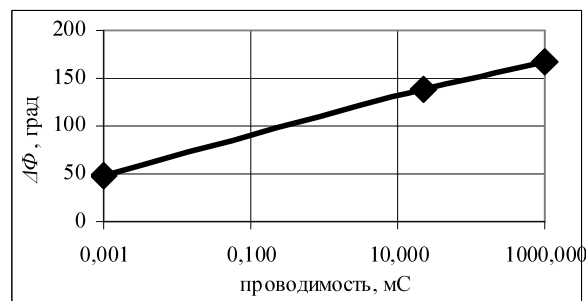


Рис. 4: Экспериментальная зависимость разности фаз от проводимости исследуемых пленок, при зазорах между поверхностью линии задержки и проводящей пленкой 10 и 100 мкм

можно найти соответствующую поверхностную проводимость. При этом, ширина подложки во всех случаях должна иметь одинаковое значение. В противном случае необходимо корректировать окончательный результат с учетом ширины подложки. На рис. 5 представлены зависимости полных потерь выходного сигнала от ширины зазора при различных значениях проводимости пленки. Видно, что изменение полных потерь не превышает 0,7 дБ, что позволяет пренебречь этим изменением при окончательной обработке данных.

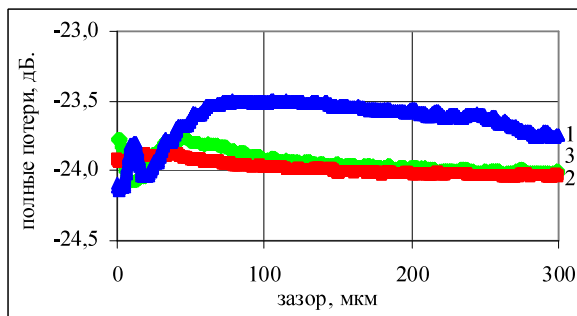


Рис. 5: Экспериментальные зависимости полных потерь выходного сигнала от ширины зазора между поверхностью линии задержки и пленкой для пленок с проводимостью: 1 — 1 С, 2 — 23×10^{-3} С, 3 — 10^{-6} С

4. СРАВНЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ С ВЫВОДАМИ ТЕОРИИ

Расчет фазы выходного сигнала от ширины зазора между сторонами линии задержки и подложки с проводящей пленкой проводился в следующей последовательности. Вначале, по методике, описанной в [6], рассчитывалась зависимость скорости акустической SH_0 волны в структуре «пьезоэлектрическая пластина–вакуумный зазор–тонкая проводящая пленка–стеклянная подложка» от ширины вакуумного зазора при различных значениях проводимости пленки.

Затем, по известной частоте (3,3 МГц) и ширине подложки в направлении распространения волны (268 мм) рассчитывались зависимости изменения фазы выходного сигнала от ширины вакуумного зазора. Расчеты проводились для экспериментально используемых трех значений поверхностной проводимости $1,23 \times 10^{-3}$ и 10^{-6} С. Указанные расчетные зависимости представлены на левой стороне рис. 6, 7 и 8 для этих значений проводимости. На правой стороне этих рисунков представлены соответствующие экспериментальные зависимости. Видно, что качественное поведение теоретических и экспериментальных зависимостей совпадают. Что касается количественного сравнения, на рис. 6 и 8 теоретические значения превышают экспериментальные. В области насыщения эти разности фаз равны 250 и 210° ($\sigma = 1$ С) и 80 и 70° ($\sigma = 1 \times 10^{-6}$ С). Эту разницу можно объяснить неоднородностью толщины используемых пленок, которые напылялись практически из точечного испарителя.

На рис. 7 для ($\sigma = 23 \times 10^{-3}$ С) наблюдается противоположная ситуация, а именно экспериментальные (160°) значения разности фаз оказались больше теоретических (110°). Это можно объяснить тем, что помимо неоднородности пленок, подложка частично попадала в пространство над ВШП, что приводило к изменению фазы коэффициента преобразования. Эти факты, естественно, в теории не учитывались.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в настоящей работе были проведены исследования возможности измерения поверхностной проводимости тонких проводящих пленок при помощи линии задержки с двумя встречно-штыревыми преобразователями (ВШП) на основе пластины Y–X ниобата лития толщиной 0,2 мм, в которой распространялась акустическая волна с поперечно-горизонтальной поляризацией нулевого порядка (SH_0). С этой целью экспериментально исследовались зависимости фазы выходного сигнала и полных потерь линии задержки от зазора между сторонами линии задержки и стеклянной подложки с проводящей пленкой, для пленок с различной проводимостью. Результаты экспериментальных исследований были сопоставлены с теоретическими расчетами, сопоставление показало удовлетворительное соответствие теоретических и экспериментальных результатов.

Показано, что при расположении над поверхностью линии задержки между ВШП тонкой проводящей пленки полные потери и фаза выходного сигнала меняются, причем степень изменения уменьшается с ростом зазора между ними. При этом значительно изменяется только фаза выходного сигнала, а полные потери изменяются незначительно. Это связано с тем, что электрические поля акустической волны частично проникали в проводящую пленку, что приводило к уменьшению эффективного коэффициента электро-механической связи и, соответственно, к изменению скорости акустической волны и фазы выходного сигнала. Проводимость получаемых проводящих пленок менялась в пределах 1 – 10^{-6} С и определялась как при помощи стандартного четырехзондового прибора для измерения поверхностной проводимости RM3000 (компании JANDEL) так и при помощи модернизированного четырехзондового метода. На основе экспериментальных данных была построена калибровочная зависимость разности фаз выходного сигнала от поверхностной проводимости пленки для значений ширины зазора между стеклянной пластинкой и звукопроводом 10 и 100 мкм. Эта зависимость оказалась близка к линейной с наклоном порядка 120 град/С. Проведенные исследования позволили сделать вывод, что изменить диапазон значений измеряемой поверхностной проводимости можно путем изменения величины указанного зазора между поверхностью линии задержки и исследуемой пленкой. Рассмотренный метод может найти применение для неразрушающего измерения проводимости таких пленок, контакты к которым невозможно изготовить, или эти контакты могут существенно повлиять на проводимость пленки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы поддержки ведущих научных школ (Грант НШ-4841.2014.9) и РФФИ (грант 14-02-31352 мол-а).

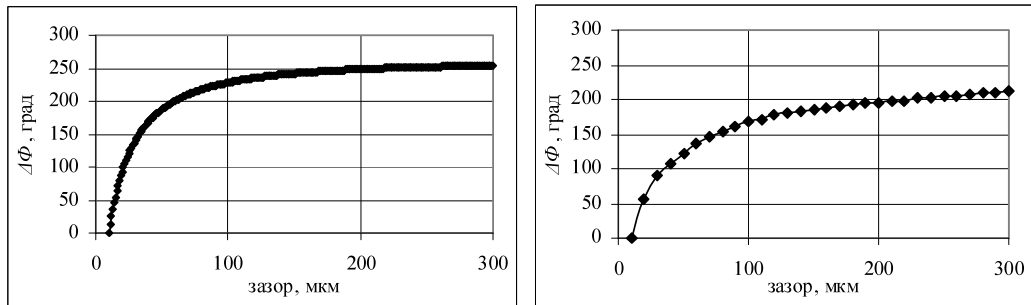


Рис. 6: Зависимость разности фаз от зазора между поверхностью линии задержки и пленкой с проводимостью 1 С (слева — теоретическая зависимость, справа — экспериментальная)

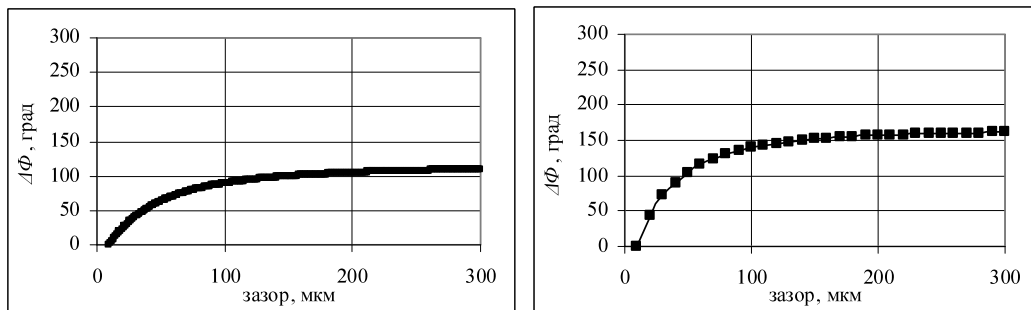


Рис. 7: Зависимость разности фаз от зазора между поверхностью линии задержки и пленкой с проводимостью 23×10^{-3} С (слева — теоретическая зависимость, справа — экспериментальная)

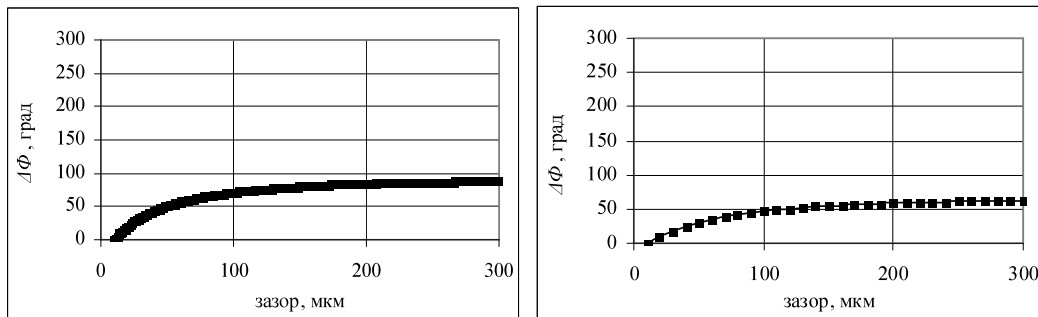


Рис. 8: Зависимость разности фаз от зазора между поверхностью линии задержки и пленкой с проводимостью 1×10^{-6} С (слева — теоретическая зависимость, справа — экспериментальная)

-
- [1] Мансуров Г.Н., Петрий О.А. Электрохимия тонких металлических пленок. (М.: МГОУ, 2011). 351 с.
- [2] Yurkov V. and Ryzhii V. JETP Lett. **88**, N5. P.322. (2008).
- [3] Abramchuk S., Kramarenko E., Stepanov G.V., Nikitin L.V., Filipcsei G., Khokhlov A. R. and Zrinyi M. Polym. Adv. Technol. **18**, N 11. P. 883. (2007).
- [4] Ushakov State N.M., Yurkov G.Yu., Gorobinskii L.V., Popkov O.V. and Kosobudskii I.D. Acta Mater. **56**, N 10. P. 2336. (2008).
- [5] Zaitsev B.D., Joshi S.G., Kuznetsova I.E. and Borodina I.A. IEEE Trans. on Ultrason., Ferroelectrics, and Freq. Cont. **48**, N2. P. 624. (2001).
- [6] Kuznetsova I.E., Zaitsev B.D., Anisimkin V.I., Teplykh A.A., Shikhabudinov A.M., Kolesov V.V. and Yakunin V.G. Journal of Applied Physics. **115**, N4. 044504. P. 1 (2014).
- [7] Borodina I.A., Zaitsev B.D. Kuznetsova I.E. IEEE Trans. on Ultrason., Ferroelectrics, and Freq. Cont. **60**, N 12. P. 2677. (2013).

The development of the noncontact method of measurement of thin films conductance**B.D. Zaitsev¹, A.M. Shikhabudinov^{1,a}, A.A. Teplykh¹, I. E. Kuznetsova²**¹*Institute of Radio Engineering and Electronics n. a. V. A. Kotelnikov RAS, Saratov Branch, Saratov, 410019, Russia*²*Institute of Radio Engineering and Electronics n. a. V. A. Kotelnikov RAS, Moscow 125009, Russia**E-mail: ^aalex-sheih@yandex.ru*

The possibility of measuring the surface conductance of thin films has been shown by using shear –horizontal plate acoustic wave of zero order (SH_0), which propagates in the delay line based on the plate of Y–X lithium niobate. This delay line including two interdigital transducers (IDT) was connected to meter of S — parameters E5071C, which allowed to measure the insertion loss and phase of output signal. It has been found that the dielectric plate with thin conducting layer placed above the delay line between IDTs leads to the change the insertion loss and phase of output signal. At that the degree of this change decreases with increasing the width of the gap between delay line and plate. As conducting thin films of chromium and aluminum were used. The conductance of these films changed in the range $1\text{--}10^{-6}\text{ S}$ and was determined with the help of four-probe method. The experimental data allowed to build the calibration dependence of the shift of output signal phase on surface conductance of films for the fixed width of gap between the plate and delay line (~ 100 microns). This calibration curve turned out close to linear dependence with the slope of 120 degree/S. The developed method may be used for measuring the conductance of such films, the contacts for which cannot be made or these contacts may significantly act on the result of the measurement.

PACS: 43.20.+g

Keywords: Plate acoustic waves, piezoelectric plate, conductance of thin films, noncontact methods of measuring the film conductance, phase of output signal.

Received 13.11.2014.

Сведения об авторах

1. Зайцев Борис Давыдович — докт. физ.-мат. наук, профессор, заведующий лабораторией физической акустики, тел.: (8452) 27-73-23. E-mail: zai-boris@yandex.ru
2. Шихабудинов Александр Магомедович - канд. физ.-мат. наук, научный сотрудник, тел.: (8452) 27-73-23. E-mail: alex-sheih@ya.ru
3. Теплых Андрей Алексеевич - канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, тел.: (8452) 27-73-23. E-mail: teplykhaa@mail.ru
4. Кузнецова Ирен Евгеньевна — докт. физ.-мат. наук, доцент, ведущий научный сотрудник, тел.: 8 (915) 237-98-80, E-mail: kuziren@yandex.ru