

АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

М.В. Лобанок, В.А. Зайков, А.А. Гринкевич, И.Д. Щербич,
А.О. Суконкина

Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь
E-mail: lobanokMV@bsu.by

На базе четырехзондового измерителя сопротивления ИУС-3 и микроконтроллера ESP32 предложено программное и схемотехническое решение для автоматизации измерений температурных электрофизических характеристик тонкопленочных материалов. В тестовом режиме на покрытиях TiAlCuN, нанесенных реактивным магнетронным распылением, проведено успешное испытание макета прибора.

Ключевые слова: микроконтроллеры; тонкие пленки; удельное сопротивление; неразрушающий контроль материалов.

За последние десятилетия в различных материалах, таких как оксиды и нитриды металлов, были обнаружены новые физические свойства, такие как термоэлектрический эффект, электронные фазовые переходы (переходы изолятор-металл и наоборот), зарядовое упорядочение и так далее [1]. Для характеристики этих материалов в тонкопленочном состоянии, важным параметром является удельное сопротивление (ρ) и его зависимость от температуры $\rho(t)$, поскольку это один из наиболее чувствительных индикаторов физических эффектов, вызванных изменением электронной зонной структуры. Для измерения сопротивления в литературе предложены различные методы и модели, среди которых четырехзондовый метод измерения, является наиболее востребованным [2].

Предложенное нами аппаратно-программное решение позволяет расширить возможности стандартного прибора ИУС-3, за счет увеличения диапазона измерений удельного сопротивления, реализации подогреваемого столика для калориметрических измерений, а также удаленного подключения и автоматической записи результатов измерений.

В общем случае, для контактных измерений электрических характеристик используется метод Ван дер Пау [2]. Однако, для таких измерений, когда толщина пленки много меньше расстояния между контактами, можно проводить более простое измерение слоевого (поверхностного) сопротивления (R_{cl}), не зависящее от линейных размеров. В этом случае удельное сопротивление рассчитывается из измеряемого слоевого сопротивления по следующей формуле:

$$\rho = \frac{R_{cl}}{d}, \quad (1)$$

где ρ – удельное сопротивление, R_{cl} – слоевое сопротивление, d – толщина покрытия (толщина покрытия d , в наших исследованиях измерялась методом растровой электронной микроскопии на сколе образца).

Способ измерения удельного сопротивления заключается в следующем: на плоскую поверхность исследуемого материала опускается измерительная голова из четырёх зондов, размещенных по прямой линии. Принципиальная схема измерения приведена на рис. 1.

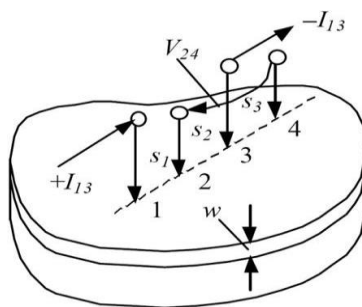


Рис. 1. Реализация четырехзондового метода

Через два внешних зонда пропускают ток I , а на двух внутренних зондах измеряют разность потенциалов V . Если расстояния между соседними зондами одинаковы и равны s , то удельное сопротивление ρ массивного образца рассчитывают по формуле:

$$\rho = \frac{V}{I} * 2\pi s, \quad (2)$$

В ходе дальнейших вычислений, с учетом разности потенциалов и геометрических особенностей образцов, а также поправочных коэффициентов получаем формулу для расчета слоевого сопротивления для стандартной контактной площадки измерителя ИУС-3:

$$R_{cl} = 4,53 \frac{V_{23}}{I_{14}}, \quad (3)$$

В общем случае точность измерения сопротивления четырехзондовым методом достаточно высока ($\sim 5\%$). Однако, трудности учёта различных факторов, таких, как локальный разогрев образца, давление зондов (в том числе и различия в давлении потенциометрических зондов), поверхностные и геометрические эффекты, приводят к уменьшению точности измерения ρ . Как показано в работе [3], погрешности измерений слоевого сопротивления могут достигать величины – 10%. Частичный учёт и уменьшение погрешности измерений достигается при измерении на серии одинаковых образцов или серии измерений на одном образце и последующем усреднении результатов, что и было выполнено в предложенном нами алгоритме измерений.

Экспериментально определено, что для обеспечения точности измерений в ИУС-3, ток, проходящий через пленку, должен измеряться с точностью до 1 мкА, а напряжение на центральных зондах измерительной головы – с точностью до 1 мкВ. Кроме того, минимальный шаг дискретизации значения напряжения должен быть 0,5 мкВ [4].

При реализации аппаратной части нами использовалась стандартная измерительная голова ИУС-3 и микроконтроллер семейства ESP32. Для контроля и поддержания температуры, изготовленного нами резистивного нагревательного столика, использовалась термопара К-типа, подключенная к 12-битному АЦП в модуле MAX 6675, а также в приборе для термостабилизации температуры был реализован ПИД-регулятор. Структурная схема измерителя представлена на рис. 2.

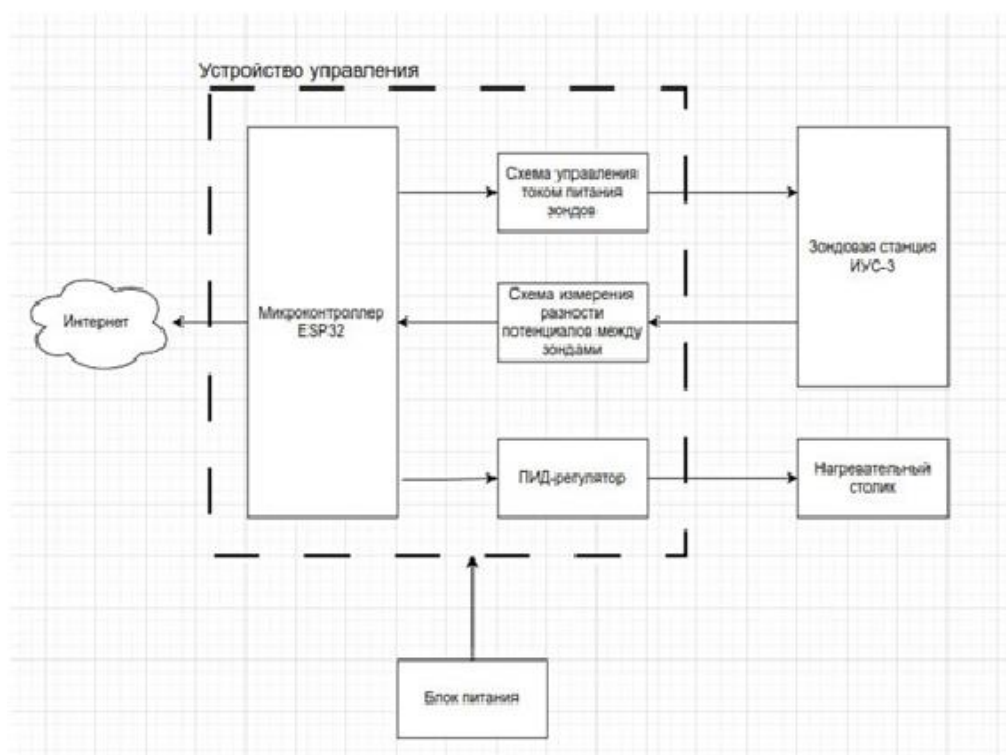


Рис. 2. Структурная схема измерителя

Алгоритм работы измерителя включает следующие процедуры: В начале измерения происходит запуск цикла подбора напряжения. Далее на исследуемый образец подается постоянное напряжение выбранного напряжения и измеряются ток и напряжение на центральных зондах измерительной головы ИУС-3. В случае, когда значение подаваемого напряжения достаточно мало (мкВ), то происходит увеличение напряжения на образце в 10 раз; Подобный цикл идет до тех пор, пока напряжение и ток на центральных зондах не станут равными некоторой существенной величине (напряжение от 0,1 В и ток не менее 2,0 мА). Следующим шагом, после

установления необходимого диапазона напряжения и тока, является проведение серии измерений и последующее усреднение. Итоговым результатом передаваемым на компьютер будет среднеарифметическое значение R_{cl} за N измерений.

На рис. 3 приведена зависимость удельного сопротивления покрытия TiAlCuN, полученного методом реактивного магнетронного распыления, от температуры. Треугольники – одна из серий измерений, а сплошная линия – результат усреднения по пяти сериям.

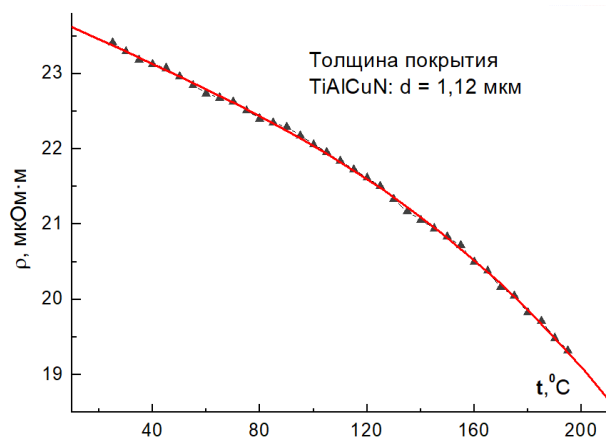


Рис. 3. Зависимость удельного сопротивления покрытия TiAlCuN от температуры

Из анализа зависимости удельного сопротивления покрытия TiAlCuN от температуры установлено, что температурный коэффициент сопротивления (ТКС) является отрицательной величиной, что свидетельствует о неметаллическом типе проводимости. Можно предположить наличие полупроводниковых свойств у тонкопленочного покрытия TiAlCuN [2].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. T. K. Roy, D. Sanyal, D. Bhowmick, A. Chakrabarti. Temperature dependent resistivity study on zinc oxide and the role of defects // Materials Science in Semiconductor Processing 16. 2013.. С. 332–336.
2. Determination of the temperature coefficient of resistance from micro four-point probe measurements / T. Marangoni, B. Guralnik, K. Borup [et al.] // Journal of Applied Physics 129, 165105. 2021.
3. М.В. Лобанок, Н.В. Полонский, С.В. Козодоев, П.И. Гайдук. Влияние термообработки на электрофизические характеристики контактов Pt к гетероструктурам SiC/Si. Известия Гомельского государственного университета имени Ф. Скорины. 2022. №6 (135). С.124-129.
4. Электрофизические характеристики структур TiAlCN/TiAlN, модифицированных наносекундной импульсной лазерной обработкой / О.С. Сиренко, С.А. Игнатович, И.Д. Щербич, М.В. Лобанок [и др.] // Квантовая электроника: Матер. XIV Международ. конф. Мн.: БГУ, 2023. С. 453-456