

## АВТОМАТИЗАЦИЯ ДВУХЗОНДОВОГО МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЯ ПРОВОДИМОСТИ IN SITU

И. А. Белоус

*Владивостокский государственный университет экономики и сервиса*

Поступила в редакцию 01.12.2016 г.

**Аннотация.** В данной статье рассмотрен двухзондовый метод измерения проводимости поверхностных фаз и тонких пленок на поверхности кремния. Описана разработанная автоматизированная система для измерения поверхностной проводимости при непосредственном напылении адсорбата на подложку кремния в условиях сверхвысокого вакуума. Приведены экспериментальные данные исследований изменения электрической проводимости подложки в течение напыления Na на поверхностную фазу Si(111)7×7 при комнатной температуре в условиях сверхвысокого вакуума.

**Ключевые слова:** двухзондовый метод, автоматизированная система, электрическая проводимость, поверхностные фазы, вакуумный модуль.

## AUTOMATION OF THE TWO-PROBE METHOD FOR MEASURING CONDUCTIVITY

I. A. Belous

**Abstract.** It describes the hardware and software developed by electrical conductivity measurement automation system two-probe method with the direct deposition of adsorbate on Si substrate. The automated system allows you to automatically make measurements, thereby eliminate the influence of gross errors (blunders operator) on the measurement results. For example, the results of studies of changes in the electrical conductivity of the substrate during the deposition Na on the Si (111)7×7 at room temperature, it is shown that the use of the automation system can improve the accuracy of instrumental measurements by repeated measurements of conduction current-voltage characteristics of the sample.

**Keywords:** the two-probe method, the automated system, electrical conductivity, surface phase, vacuum unit.

## ВВЕДЕНИЕ

Для измерения удельной электрической проводимости широко применяется двухзондовый метод [1]. Схема измерений двухзондовым методом показана на рис. 1. Через торцевые грани образца с нанесенными на них омическими контактами пропускается электрический ток. Вдоль линии тока на поверхности образца размещаются два зонда, между которыми измеряется разность потенциалов. Удельная проводимость образца:

$$\sigma = \frac{A I}{s U}, \quad (1)$$

где  $A$  — площадь поперечного сечения;  $s$  — расстояние между зондами;  $G$  — размерный коэффициент;  $I$  — ток через образец;  $U$  — разность потенциалов между зондами.

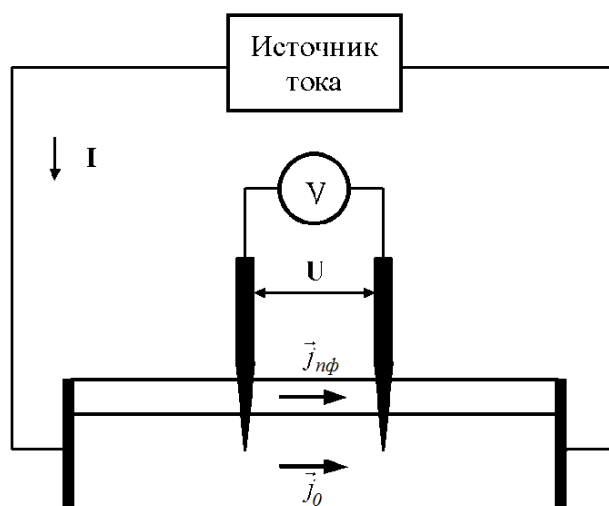


Рис. 1. Двухзондовый метод измерения электрической проводимости.  $\vec{j}_{нф}$ ,  $\vec{j}_0$  — ток через поверхностную фазу и объем подложки, соответственно.

В самом неблагоприятном случае, когда контакты на торцевых гранях образца точечные и растекание тока охватывает наибольший приконтактный объем образца, погрешность не превышает значения 0,5 % [1]. При этом должны соблюдаться условия  $L > 3b$ ,  $b/2 \leq d \leq b$ ,  $s \leq L/2$ , где  $L$  — длина образца;  $b$  — ширина образца;  $d$  — толщина образца. С учетом данных условий удельная проводимость образца простой геометрической формы, когда линия зондов ориентирована вдоль осевой линии параллельной наибольшей стороне, описывается выражением:

$$\sigma = \frac{GI}{U}, \quad (2)$$

где  $G$  — размерный коэффициент, зависящий от формы образца.

Высокая чувствительность двухзондового метода позволяет использовать его для измерения электрической проводимости очень тонких структур (порядка нескольких монослоев), в том числе и поверхностных фаз (ПФ).

Для того, чтобы иметь возможность измерять удельную поверхностную проводимость во время непосредственного напыления адсорбата была изготовлена двухзондовая измерительная головка (вакуумный модуль) (рис. 2), которая расположена непосредственно на держателе образца. Конструкция головки предусматривает отвод зондов во время высокотемпературной очистки, и, если это необходимо, во время напыления адсорбата.

## ОПИСАНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ СИСТЕМЫ

В настоящее время значительная часть физических экспериментов требует одновременно и неоднократного измерения многих физических величин (тока, напряжения, температуры, времени и др.) и их математической обработки в реальном времени [2]. Опыт показывает — без использования современных автоматизированных электронных систем усложнение исследований по изучению свойств ПФ и быстротекущих процессов, происходящих при их формировании, представляется весьма затруднительным.

Одним из наиболее важных показателей качества полученных экспериментальных данных является точность измерений, определяющая метрологические возможности средств измерений. Под точностью измерения понимается степень близости результатов измерений к истинному значению измеряемой величины. Погрешность измерений обуславливается многими

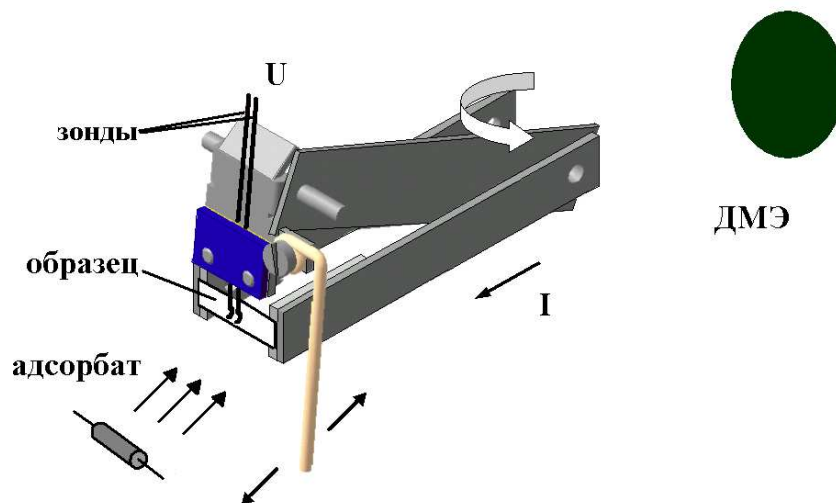


Рис. 2. Вид двухзондовой измерительной головки (вакуумный модуль).

факторами: погрешностью метода измерений, несовершенством средства измерений, влиянием условий проведения измерений и др.

По характеру и причинам появления погрешности разделяются на систематические, случайные и промахи [2]–[5]. Систематические погрешности представляют собой такие погрешности средств измерений, которые при неоднократном использовании средства измерений остаются постоянными или изменяются закономерно. Эти погрешности поддаются изучению и учету, в силу чего результат измерений может быть уточнен путем внесения поправок. В настоящее время часто применяют автоматические методы коррекции систематических погрешностей, увеличивающих точность и производительность измерений. Случайные погрешности изменяются непредвиденным образом при проведении повторных измерений одной и той же физической величины. В отличие от систематических, случайные погрешности невозможно исключить из результата измерений. Многократные измерения одной и той же величины позволяют уменьшить случайную составляющую погрешности путем нахождения среднего ее значения и дисперсии. Промахи представляют собой погрешности, существенно превышающие присущие данному средству измерений систематические и случайные погрешности. Они возникают из-за неисправности средства измерений, или из-за ошибок оператора.

Основными целями [2] создания систем автоматизации экспериментальных исследований являются: 1) Повышение эффективности и качества исследований на основе получения и уточнения более полных моделей исследуемых объектов, явлений и процессов; 2) Получение качественно новых научных результатов, достижение которых невозможно без применения автоматизации; 3) Сокращение сроков и уменьшение трудоемкости научных исследований и комплексных испытаний.

Под системой автоматизации экспериментальных исследований понимают программно-аппаратный комплекс на базе средств измерительной и вычислительной техники, предназначенный для проведения научных исследований.

Повышение эффективности экспериментальных исследований с применением автоматизации достигается благодаря улучшению условий исследования, возможности многократного измерения одного и того же параметра с целью повышения точности измерения, вследствие повышения надежности и достоверности результатов. Улучшение и усложнение техники эксперимента, включая автоматизацию, позволяет изучать более точные закономерности, а так же дает возможность исследователю анализировать получаемые данные в интерактивном

режиме и по необходимости влиять на эксперимент [6].

Основные аспекты эффективности автоматизации экспериментальных исследований: 1) Сокращение экспериментального цикла за счет уменьшения длительности проведения эксперимента, ускорение обработки полученных данных и уменьшения числа ошибок при измерении и обработке; 2) Увеличение точности результатов и их достоверности; 3) Повышение информативности эксперимента за счет увеличения числа контролируемых параметров и более полной обработки данных; 4) Получение возможности усиления контроля за ходом эксперимента и возможности его оптимизации; 5) Оперативное получение результатов в удобной графической и электронной форме.

Функциональная схема системы автоматизации измерений проводимости поверхностных фаз представлена на рис. 3. С выхода управляющего блока на токовые зонды подается ток  $-I \dots +I$  мкА. С потенциальных зондов снимается возникающая разность потенциалов и подается на инструментальный усилитель. Инструментальный усилитель предназначен для повышения входного сопротивления системы до нескольких ГОм ( $10^9$  Ом) и приведения уровня сигнала до уровня чувствительности измерительного блока платы сбора данных. Построение схемы по дифференциальному типу [7] позволяет, при использовании прецизионных операционных усилителей, добиться подавления синфазного сигнала более чем на 100 дБ ( $10^5$  раз) и обеспечить дрейф напряжения смещения во времени менее 10 мкВ.

Плата сбора данных обеспечивает преобразование аналогового сигнала, поступающего с

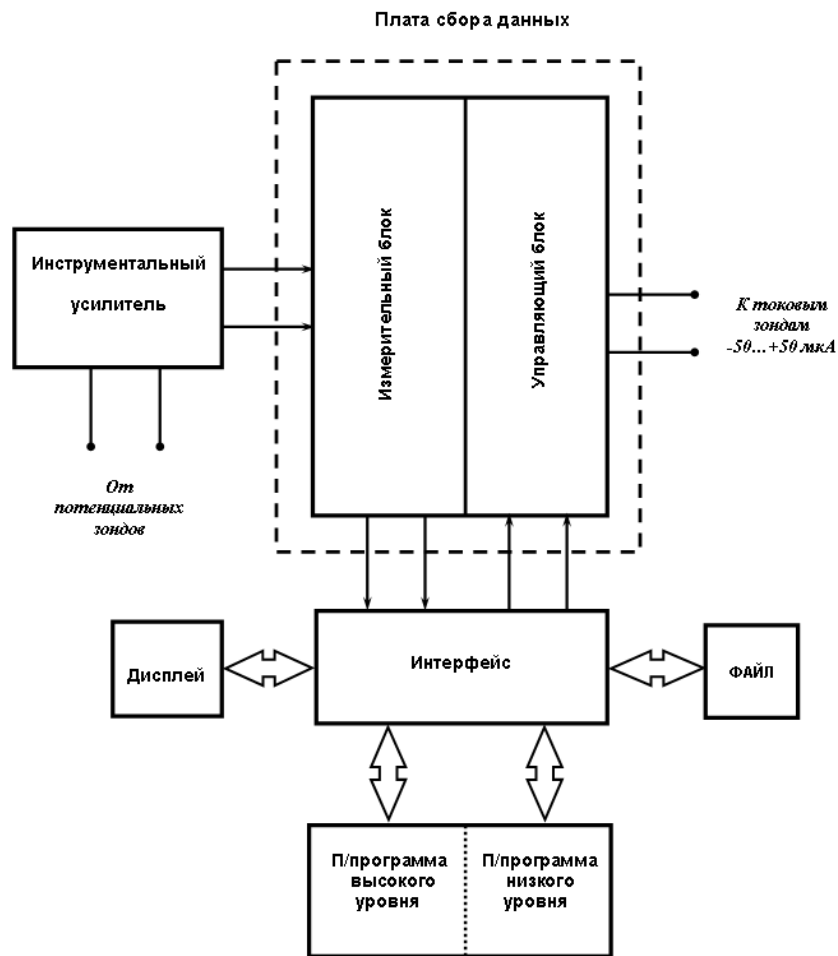


Рис. 3. Функциональная схема системы автоматизации измерений проводимости.

инструментального усилителя, в цифровой код, передаваемый через интерфейс в программу управления и управление током, подаваемого на токовые зонды.

Масштабируемость системы автоматизации обеспечивается наличием на плате сбора данных: 8 цифровых входных ТТЛ (транзистор-транзисторная логика) линий и 8 выходных ТТЛ линий, при помощи которых можно управлять внешними устройствами, осуществлять цифровую синхронизацию ввода и т. п.; трех счетчиков-таймеров (интегральная микросхема 580ВИ53) с кварцевой стабилизацией 1 МГц, при помощи которых осуществляется программная синхронизация ввода и генерирование прерываний IRQ. Первый и второй счетчик являются 16 битными каскадно-соединенными счетчиками. Счетный вход третьего канала выведен на внешний разъем для возможности внешней синхронизации процессов ввода и вывода.

Общий вид программы управления измерений проводимости изображен на рис. 4. Окно программы разделено на четыре области: **I** — вывода вольт-амперной характеристики последнего измерения, **II** — вывода данных о электрической проводимости и ошибке измерений, **III** — вывода данных о изменении электрической проводимости от времени, **IV** — вывода данных о изменении электрической проводимости от времени в крупном масштабе. В таблице приведено описание символов, представленных на рис. 4, и функциональных клавиш.

Программная часть системы автоматизации измерений работает следующим образом. Программа управления (подпрограмма высокого уровня), после запуска и после каждого измерения, проверяет подвод зондов. Если зонды подведены, программа управления запускает подпрограмму низкого уровня, которая проводит анализ вольт-амперной характеристики образца, сохраняя данные в промежуточный файл данных. Затем программа управления, используя данные промежуточного файла данных, выводит вольт-амперную характеристику,

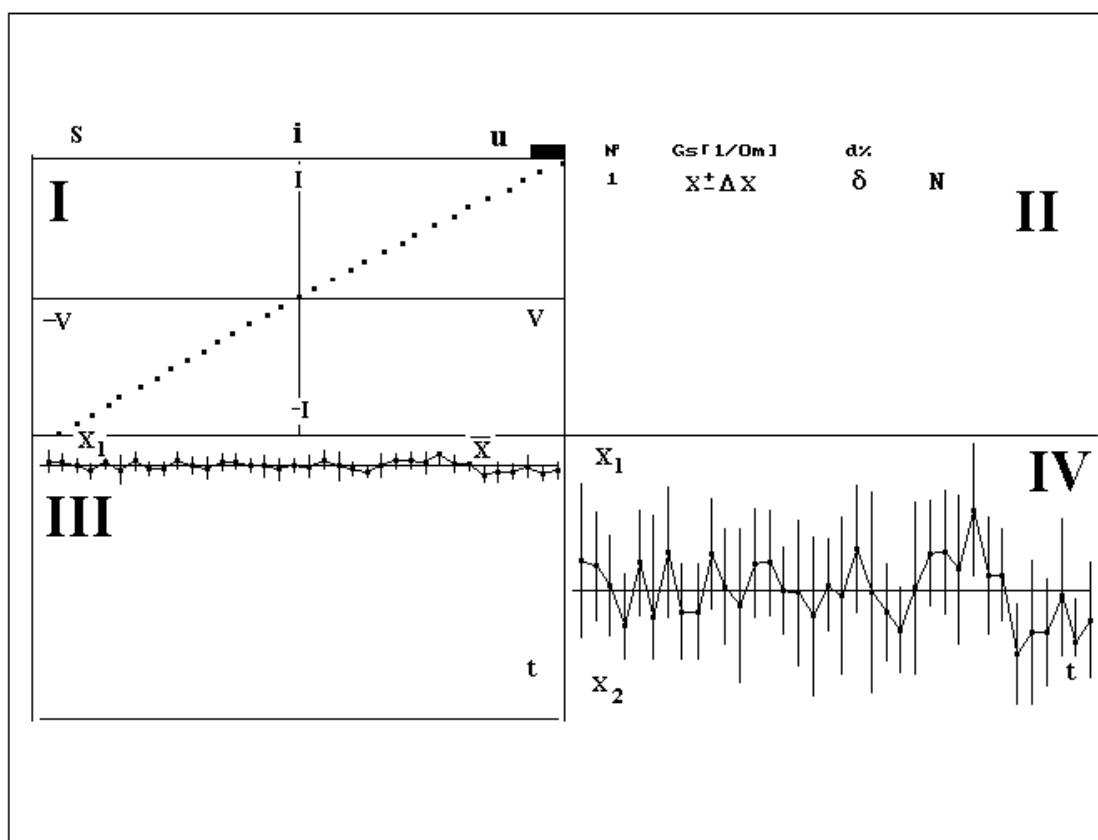


Рис. 4. Общий вид окна программы измерений проводимости (скан экрана).

рассчитанные значения электрической проводимости, абсолютную и относительную ошибки измерений и некоторые другие данные, которые сохраняются в файл данных “время эксперимента.dat”.

Таблица 1. Описание окна программы измерений проводимости

| Обозначение | Описание  | Единицы измерений |
|-------------|---|-------------------|
| 1           | 2   | 3                 |
| S           | Пороговое значение при определении подвода зондов                   | См                |
| $i$         | Пороговое значение при определении подвода зондов                   | мкА               |
| $u$         | Пороговое значение при определении подвода зондов                   | мВ                |
| X           | Значение электрической проводимости последнего измерения            | См                |
| $\Delta X$  | Абсолютная ошибка последнего проведенного измерения                 | См                |
| $\delta$    | Относительная ошибка последнего проведенного измерения              | %                 |
| N           | Число точек в вольт-амперной характеристике                         | ед.               |
| $\bar{X}$   | Средняя величина проводимости за время $t$                          | См                |
| $X_1$       | Верхний предел на координатной оси                                  | См                |
| $X_2$       | Нижний предел на координатной оси                                   | См                |
| $t$         | Время проведения измерений  | Сек               |
| $I(-I)$     | Значение тока через токовые зонды                                   | мкА               |
| $U(-U)$     | Разность потенциалов между потенциальными зондами                   | мВ                |
| F5          | Перезапуск  |                   |
| F10         | Настройки программы   |                   |
| T           | По оси абсцисс откладывается время или номер измерений проводимости |                   |
| Enter       | Прекратить проверку на подвод зондов и начать измерение             |                   |
| Пробел      | Метка   |                   |
| A           | Вкл./Откл. Анализ ВАХ на несимметричность                           |                   |
| Esc         | Выход   |                   |

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке 5 представлены результаты проведенных исследований изменения электрической проводимости подложки *in situ*, в реальном масштабе времени, в течение напыления Na на ПФ Si(111)7×7 при комнатной температуре. Измерения *in situ* и подготовка образца проводились в сверхвысоковакуумной камере Riber DEL-300 при базовом давлении  $2 \times 10^{-10}$  Торр. Камера оснащена системой измерения давления, источником натрия, оптикой дифракции медленных электронов, двухзондовой измерительной головкой. Каждое результирующее значение изменения поверхностной проводимости подложки получено путём измерения

вольтамперной характеристики подложки и последующим расчётом проводимости. Значение тока через токовые зоны ограничено диапазоном  $-100 \dots +100$  мкА. Расчетное значение относительной инструментальной погрешности не превышает 2%.

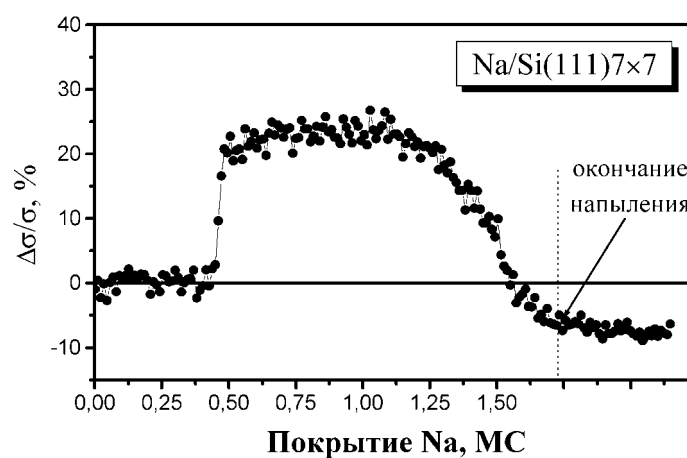


Рис. 5. Изменение электрической проводимости в течение напыления Na на ПФ Si(111)7×7 при комнатной температуре.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описана аппаратная и программная части разработанной системы автоматизации измерений электрической проводимости двухзондовым методом при непосредственном напылении адсорбата на подложку Si. Автоматизированная система позволяет в автоматическом режиме производить измерения, тем самым исключить влияние грубых погрешностей (промахов оператора) на результаты измерений.

На примере, результатов исследований изменения электрической проводимости подложки в течение напыления Na на ПФ Si(111)7×7 при комнатной температуре показано, что применение системы автоматизации позволяет повысить инструментальную точность измерений путем многократных измерений проводимости вольтамперной характеристики исследуемого образца.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Батавин, В. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур / В. В. Батавин, Ю. А. Концевой, Ю. В. Федорович. — М. : Радио и связь, 1985. — 264 с.
2. Кузмичев, Д. А. Автоматизация экспериментальных исследований / Д. А. Кузмичев, И. А. Радкевич, А. Д. Смирнов. — М. : Наука, 1983. — 392 с.
3. Бурдун, Г. Д. Основы метрологии / Г. Д. Бурдун, Б. Н. Марков. — М. : Из-во стандартов, 1972. — 312 с.
4. Измерения в электронике / В. А. Кузнецов, В. А. Долгов, В. М. Коневских и др. — М. : Энергоатомиздат, 1987. — 512 с.
5. Зайдель, А. Н. Ошибки измерений физических величин / А. Н. Зайдель. — Л. : Наука, 1974. — 108 с.
6. Никитюк, Н. М. Микропроцессоры и микро-ЭВМ, применение в приборостроении и научных исследованиях / Н. М. Никитюк. — М. : Энергия, 1981. — 168 с.
7. Интегральные усилители : Операционные усилители. Том 1 / А. В. Перебаскин, А. А. Бахметьев, С. О. Колосов и др. — М. : Физматлит, 1993. — 240 с.

## REFERENCES

1. Batavin V.V., Kontsevoy Yu.A., Fedorovich Yu.V. Measurement of parameters of semiconductor materials and structures. [Batavin V.V., Kontsevoy Yu.A., Fedorovich Yu.V. Izmerenie parametrov poluprovodnikovykh materialov i struktur]. Moscow: Radio i svyaz', 1985, 264 p.
2. Kuzmichev D.A., Radkevich I.A., Smirnov A.D. Automation of experimental studies. [Kuzmichev D.A., Radkevich I.A., Smirnov A.D. Avtomatizatsiya eksperimental'nykh issledovaniy]. Moscow: Nauka, 1983, 392 p.
3. Burdun G.D., Markov B.N. Fundamentals of metrology. [Burdun G.D., Markov B.N. Osnovy metrologii]. Moscow: Iz-vo standartov, 1972, 512 p.
4. Kuznetsov V.A., Dolgov V.A., Konevskikh V.M. et. al. Measurement electronics. [Kuznetsov V.A., Dolgov V.A., Konevskikh V.M. i dr. Izmereniya v elektronike]. Moscow: Energoatomizdat, 1987, 512 p.
5. Zaydel' A.N. Physical quantities measurement errors. [Zaydel' A.N. Oshibki izmereniy fizicheskikh velichin]. Leningrad: Nauka, 1974, 108 p.
6. Nikityuk N.M. Microprocessors and microcomputers, application in instrument making and research. [Nikityuk N.M. Mikroprotsessory i mikro-EVM, primeneniye v priborostroenii i nauchnykh issledovaniyakh]. Moscow: Energiya, 1981, 168 p.
7. Perebaskin A.V., Bahmet'ev A.A., Kolosov S.O. et. al. Integrated Amplifiers: Op Amps. Volume 1. [Perebaskin A.V., Bahmet'ev A.A., Kolosov S.O. i dr. Integral'nye usiliteli: Operatsionnye usiliteli. Tom 1]. Moscow: Fizmatlit, 1993, 240 p.

*Белоус Игорь Александрович, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры информационных технологий и систем института информационных технологий, Владивостокский государственный университет экономики и сервиса, г. Владивосток, Российская Федерация*  
*E-mail: Igor.Belous@vvsu.ru*  
*Тел.: +7(423)266-46-06*

*Belous Igor Alexandrovich, candidate of physic-mathematical science, reader of the chair of information technology and systems, Institute of information technologies and systems of Vladivostok State University of Economics and Service, Vladivostok, Russian Federation*  
*E-mail: Igor.Belous@vvsu.ru*  
*Tel.: +7(423)266-46-06*