

Многопараметровые измерения структур сверхвысокочастотными волноводными методами

Д.А. Усанов, А.Э. Постельга, Т.С. Бочкова, К.А. Гуров, С.В. Игонин

Саратовский национальный исследовательский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского
410012, Российская Федерация, г. Саратов
ул. Астраханская, 83

На примере образцов кремния и магнитной жидкости показана возможность одновременного определения параметров по температурной зависимости спектра отражения электромагнитного излучения в СВЧ-диапазоне. Определены диэлектрическая проницаемость, объемная доля твердой фазы, тангенс угла диэлектрических потерь и диаметр частиц магнитной жидкости, а также толщина образца кремния, его электропроводность, эффективная масса дырок, энергия активации и концентрация бора в кремнии. Показано, что учет в расчетах размеров и пространственного расположения агломератов из магнетитовых наночастиц для магнитной жидкости и учет температурных зависимостей концентрации и подвижности при воздействии двух механизмов рассеяния для кремния приводит к увеличению точности при определении искомых параметров.

Ключевые слова: магнитная жидкость, структурная организация ферромагнитных наночастиц, СВЧ-излучение, полупроводник, электропроводность, эффективная масса, толщина слоя, концентрация примеси, метод наименьших квадратов.

Введение

При отработке технологии изготовления новых материалов, конструировании различных типов приборов на их основе, выяснении условий их эксплуатации необходимо знание физических параметров исходных материалов. Большинство параметров зависят от температуры, частоты и напряженности приложенных электрического и магнитного полей, размеров образца и других факторов. Задача измерения этих параметров является актуальной и востребованной практикой.

Рассматриваемый метод определения параметров основан на результатах измерений спектров отражения и прохождения СВЧ-излучения, которые могут быть получены для широкого круга объектов. В частности, в работах [1–3] такой подход был использован для определения параметров металлической пленки, полупроводников и магнитной жидкости. Построение правильной теоретической модели спектров отражения и прохождения, совпадающих с соответствующими экспериментальными спектрами при проведении нескольких измерений при различных температурах и решении соответствующих обратных задач открывает возможность определять параметры исследуемого образца, определяющие этот спектр, с высокой точностью.

Известны несколько методов измерения электрофизических параметров структур: волноводный, мостовой, резонаторный и др. В данной работе рассматривались волноводный (для измерения параметров кремния) и мостовой (для определения характеристик магнитной жидкости).

1. Методика проведения эксперимента

В качестве измерительной установки для определения параметров кремниевого образца была выбрана волноводная система, схема которой приведена на рис. 1. СВЧ-излучение от генератора качающейся частоты 1 панорамного измерителя КСВН и ослабления направлялось через коаксиально-волноводный преобразователь 2 в волновод 6 через вентиль 3 на структуру, полностью заполняющую поперечное сечение волновода, включающую в себя диэлектрический слой 7 и полупроводниковый слой 8, параметры которого необходимо определить. Падающее и отраженное от измеряемой структуры электромагнитное излучение через направленные ответвители 5 поступало на детекторы 4, сигнал с которых поступал на индикаторный блок 10 и через АЦП 9 в компьютер 11 для анализа.

В качестве исследуемых образцов были выбраны кремний, легированный бором ($W_B = 0,045$ эВ), и кремний, легированный сурь-

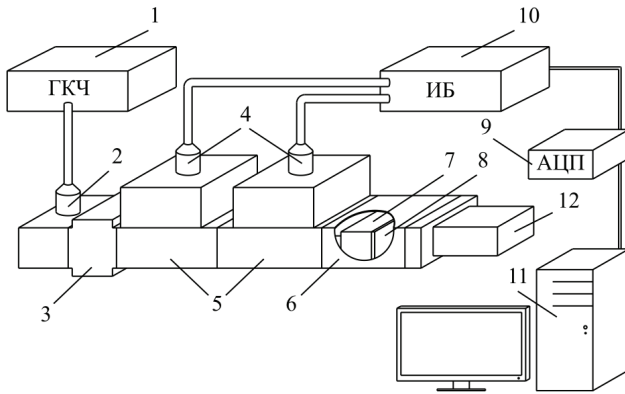


Рис. 1. Схема установки для измерения частотной зависимости коэффициента отражения: 1 – генератор качающейся частоты; 2 – коаксиально-волноводный преобразователь; 3 – вентиль; 4 – детекторы; 5 – направленные ответвители; 6 – волновод; 7 – слой диэлектрика; 8 – слой полупроводника; 9 – АЦП; 10 – индикатор КСВН и ослабления; 11 – компьютер; 12 – согласованная нагрузка

мой ($\Delta W_{Sb} = 0,043$ эВ [4]), в качестве диэлектрика – фторопласт. Температуру изменяли с применением жидкого азота и регистрировали с помощью термопары.

В ходе выполнения настоящей работы исследовалась также магнитная жидкость, представляющая собой однородную взвесь однодоменных частиц магнетита в керосине, стабилизированных олеиновой кислотой. Для определения ее характеристик применялся метод, основанный на использовании волноводного моста [5; 6] с использованием двойного волноводного тройника, в измерительное плечо которого помещался слой магнитной жидкости, полностью заполняющей поперечное сечение волновода. Принципиальная схема радиоинтерференционной установки, использовавшейся для измерений, изображена на рис. 2. Источником сигнала служил СВЧ-генератор качающейся частоты (8 мм) диапазона 1, включенный через вентиль 2 в Н-плечо двойного волноводного тройника 3. Мощность сигнала, поступающего в Н-плечо тройника, контролировалась с помощью полупроводникового СВЧ-диода 4, установленного в этом плече. В результате интерференции волн, отраженных от нагрузки в опорном плече и от слоя магнитной жидкости 5 в измерительном плече, помещенной между двумя тонкими, «прозрачными» для электромагнитного излучения в СВЧ-диапазоне диэлектрическими прокладками, препятствующими растеканию магнитной жидкости по волноводу, в Е-плече двойного волноводного тройника формируется разностный СВЧ-сигнал. Для регулировки фаз и значений амплитуды интерферирующих сигналов в опорном и измеритель-

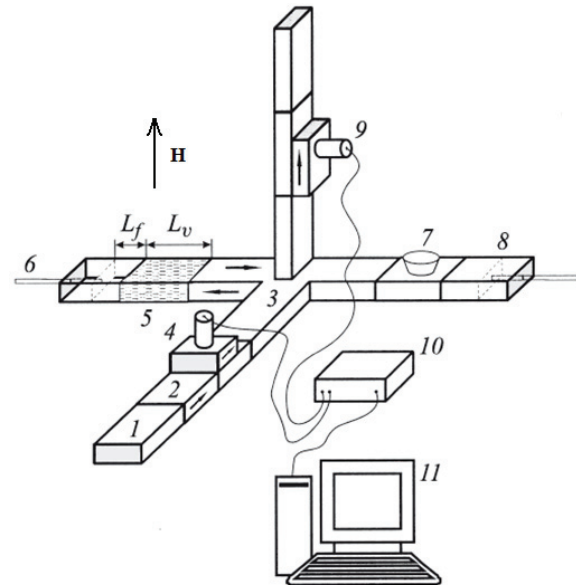


Рис. 2. Схема эксперимента по исследованию температурной зависимости коэффициента отражения электромагнитного излучения в СВЧ-диапазоне от слоя магнитной жидкости

ном плечах двойного волноводного тройника расположены подвижные короткозамыкающие поршни 6, 8 и аттенюатор 7. Сигнал, протектированный с помощью СВЧ-диода 9, расположенного в Е-плече волноводного тройника, поступал через АЦП 10 в компьютер 11, где сравнивался с сигналом, поступающим с СВЧ-диода 4. Созданная таким образом резонансная интерференционная система позволяет обеспечить чувствительность, достаточную для регистрации информационного сигнала.

2. Методика расчета параметров

Расчет параметров производился в ходе решения обратной задачи методом наименьших квадратов. В результате решения необходимо было найти такие значения комплекса параметров a , при которых функция невязки $S(a)$ становится минимальной

$$S(a) = \sum_{i=1}^n (R_{\text{theor}}(\omega_i, a) - R_{\text{exp}}(\omega_i))^2, \quad (1)$$

где $R_{\text{theor}}(\omega_i, a)$ – частотная зависимость спектра отражения, полученная расчетным методом, $R_{\text{exp}}(\omega_i)$ – частотная зависимость спектра отражения, измеренная экспериментально.

Для двухслойной структуры, состоящей из полупроводника и диэлектрика

$$R_{\text{theor}} = \left\{ \gamma_0 (\gamma_{nn}^2 - \gamma_d^2) + \gamma_d \text{cth}(d_d \gamma_d) (\gamma_0^2 - \gamma_{nn}^2) + \gamma_{nn} \text{cth}(d_{nn} \gamma_{nn}) (\gamma_0^2 - \gamma_d^2) \right\} / \quad (3)$$

$$+ \operatorname{cth}(d_{nn}\gamma_{nn}) \times \\ \times \left[\gamma_{nn} (\gamma_0^2 - \gamma_d^2) + 2\gamma_0\gamma_d\gamma_{nn}\operatorname{cth}(d_d\gamma_d) \right],$$

где γ_0 – постоянная распространения в пустой части волновода; γ_{nn} – в заполненной полупроводником; γ_d – диэлектриком; d_{nn} – толщина слоя полупроводника; d_d – толщина слоя диэлектрика.

Для магнитной жидкости

$$R_{\text{theor}} = \left\{ \gamma_0^2 \operatorname{sh}(\gamma L_f) (1 + e^{-2\gamma_0 L_v}) - \right. \\ \left. - 2\gamma\gamma_0 \operatorname{ch}(\gamma L_f) e^{-2\gamma_0 L_v} - \gamma^2 \operatorname{sh}(\gamma L_f) \times \right. \\ \left. \times (1 - e^{-2\gamma_0 L_v}) \right\} / \left\{ \gamma^2 \operatorname{sh}(\gamma L_f) (1 + e^{-2\gamma_0 L_v}) + \right. \\ \left. + 2\gamma\gamma_0 \operatorname{ch}(\gamma L_f) + \gamma^2 \operatorname{sh}(\gamma L_f) (1 - e^{-2\gamma_0 L_v}) \right\}, \quad (3)$$

где γ_0 – постоянная распространения СВЧ-волны в пустой части волновода; γ – постоянная распространения в участке волновода, полностью заполненном магнитной жидкостью; L_v – толщина слоя; L_f – расстояние до короткозамыкающего поршня.

Нахождение минимума функции невязки (1) сводится к решению системы уравнений, состоящей из N частных производных вида

$$\frac{\partial S}{\partial a} = 2 \sum_{i=1}^n (R(\omega_i, a) - R_{\text{exp}}(\omega_i)) \frac{\partial R(\omega_i, a)}{\partial a} = 0, \quad (4)$$

где a – искомый параметр.

Используя численные итерационные методы, с помощью ЭВМ в предполагаемом диапазоне значений искомых параметров проводили перебор всех возможных значений с шагом, определяемым требуемой точностью, после чего диапазон сужали, а шаг уменьшали и т. д. В результате оказывалось возможным однозначно определить искомые параметры исследуемой структуры.

С целью исключения неоднозначности, при которой нескольким сочетаниям значений искомых параметров соответствует одинаковая частотная зависимость коэффициента отражения сверхвысокочастотного излучения при фиксированной температуре, измерение спектров необходимо проводить в интервале температур, что позволит однозначно определить набор искомых параметров, уточнить их и сократить число итераций.

Для повышения точности измерений при расчете теоретического значения коэффициента отражения необходимо учитывать температурные зависимости параметров структуры, вносящих наиболее значительный вклад в его значение.

При измерении параметров кремния была учтена температурная зависимость электропроводности. Путем учета температурных зависимостей концентрации и подвижностей носителей заряда и соотношения, учитывающего воздействие двух механизмов рассеяния [7], была получена зависимость, определяющая электропроводность образца в виде:

$$\sigma(T) = \left\{ 1 + \sqrt{1 + 4N \left(\frac{2\pi\hbar^2}{m_d^* kT} \right)^{\frac{3}{2}} \exp\left(\frac{\Delta W}{kT}\right)} \right\} / \\ / \left\{ \frac{3\sqrt{2}NE_I^2 m^{*\frac{5}{2}} (kT)^{\frac{3}{2}}}{2\sqrt{\pi}\hbar^4 c_l E^{*\frac{1}{2}}} + N^2 \pi^{\frac{3}{2}} e^4 \sqrt{m^*} g(T) \right\} / \\ / \left[2\sqrt{2}\varepsilon_L^2 \left(\frac{3kT}{2} \right)^{\frac{3}{2}} \times \right. \\ \left. \times \left(1 + \sqrt{1 + 4N \left(\frac{2\pi\hbar^2}{m_d^* kT} \right)^{\frac{3}{2}} \exp\left(\frac{\Delta W}{kT}\right)} \right) \right], \quad (5)$$

где \hbar – приведенная постоянная Планка; $c_l = 16.6 \cdot 10^{10}$ Н/м² – упругая постоянная кристалла при продольных колебаниях [8]; ΔW – энергия активации примеси; E^* – приведенная энергия рассеиваемого электрона; $E_I \approx 7$ эВ – константа деформации потенциала [9]; m^* – эффективная масса электропроводности носителей заряда; m_d^* – эффективная масса плотности состояний; k – постоянная Больцмана; N – концентрация примеси; ε_L – диэлектрическая проницаемость решетки; $g(T) = \ln(1 + \eta(T)) - \eta(T) / (1 + \eta(T))$; $\eta(T) = 3m_{n,p}^* k^2 T^2 \varepsilon / \pi \hbar^2 e^2 n, p(T)$.

Для магнитной жидкости влияние температуры учитывалось в ланжевеновском аргументе σ [5], который через соотношения для магнитной восприимчивости и магнитной проницаемости входит в выражение для постоянной распространения электромагнитной волны в слое магнитной жидкости

$$\gamma^2 = \frac{\pi^2}{a^2} - \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon \mu^*, \quad (6)$$

где γ – постоянная распространения электромагнитной волны в слое магнитной жидкости; a – размер широкой стенки волновода; ω – частота электромагнитной волны; ε_0 и μ_0 – электрическая и магнитная постоянные; ε и μ^* – ди-

электрическая и магнитная проницаемости магнитной жидкости.

Магнитная проницаемость магнитной жидкости определяется как

$$\mu^* = 1 + \chi'_m - i\chi''_m, \quad (7)$$

где χ'_m и $i\chi''_m$ – действительная и мнимая части магнитной восприимчивости

$$\chi'_m = \frac{\gamma\phi M_d L(\sigma)}{\omega H_n} \times \frac{(1 + \eta^2)^2 H_n^4 + (\eta^2 - 1) H_n^2}{(1 + \eta^2)^2 H_n^4 + 2(\eta^2 - 1) H_n^2 + 1},$$

$$\chi''_m = \frac{\gamma\phi M_d L(\sigma)}{\omega H_n} \times \frac{\eta H_n^2 (1 + H_n^2 (1 + \eta^2))}{(1 + \eta^2)^2 H_n^4 + 2(\eta^2 - 1) H_n^2 + 1}, \quad (8)$$

$$\eta = \xi \left[\frac{1}{L(\sigma)} - \frac{1}{\sigma} \right],$$

$$\sigma(T) = \frac{\mu_0 M_d V}{kT} H.$$

Здесь γ – гиромангнитное отношение для электронов; ϕ – объемная доля твердой фазы магнитной жидкости; M_d – намагниченность насыщения твердого магнетика; $L(\sigma)$ – функция Ланжевена; σ – суперпарамагнитный параметр (ланжевенский аргумент) магнитной жидкости; H_n – приведенное магнитное поле ($H_n = \gamma H / \omega$); ξ – параметр затухания лармовой прецессии в однодоменной частице; V – объем ферромагнитной частицы; k – постоянная Больцмана; T – температура.

3. Результаты измерений и их обсуждение

На рис. 3 приведены экспериментальные зависимости коэффициента отражения $R(f)$ от частоты падающего СВЧ-излучения от измеряемой структуры (образец р-типа), полностью заполняющей поперечное сечение волновода, при температурах 123 и 133 К. Из рис. 3 видно, что с изменением температуры измеряемой структуры на 10 К происходит значительное изменение зависимости коэффициента отражения от частоты, что, при известном значении d_{nn} , позволяет определить температурную зависимость электропроводности кремния.

На рис. 4 представлена, экспериментальная температурная зависимость электропроводности

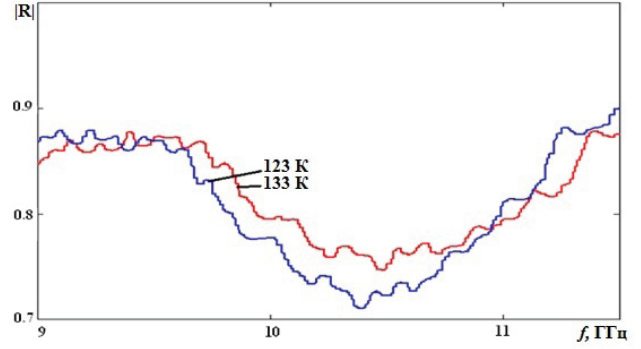


Рис. 3. Частотные зависимости коэффициента отражения электромагнитного излучения сверхвысокочастотного диапазона от измеряемой структуры диэлектрик-полупроводник р-типа при температурах 123 К и 133 К

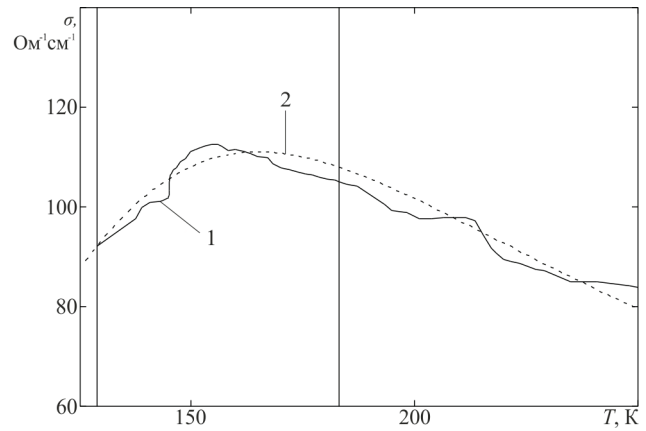


Рис. 4. Температурные зависимости электропроводности: 1 – экспериментальная зависимость; 2 – зависимость, рассчитанная по результатам экспериментальных измерений

образца р-типа 1 и рассчитанная по результатам экспериментальных измерений 2, построенная с использованием значений параметров полупроводника, определенных предлагаемым методом. На рис. 4 показаны также границы диапазона температур в котором производился расчет.

В результате решения обратной задачи предлагаемым методом были найдены следующие значения искоемых параметров образца кремния р-типа:

- толщина полупроводникового образца $d_{nn} = 407$ мкм;
- энергия активации бора в кремнии $\Delta W_B = 0.047$ эВ;
- эффективная масса дырок $m_p^* = 0.41 m_e$, где $m_e = 9.11 \cdot 10^{-31}$ кг – масса свободного электрона;
- электропроводность при температуре 123 К $\sigma = 652$ Ом $^{-1}$ м $^{-1}$;
- электропроводность при температуре 298 К $\sigma = 342$ Ом $^{-1}$ м $^{-1}$;
- концентрация примеси бора $N_A = 9.84 \cdot 10^{15}$ см $^{-3}$;

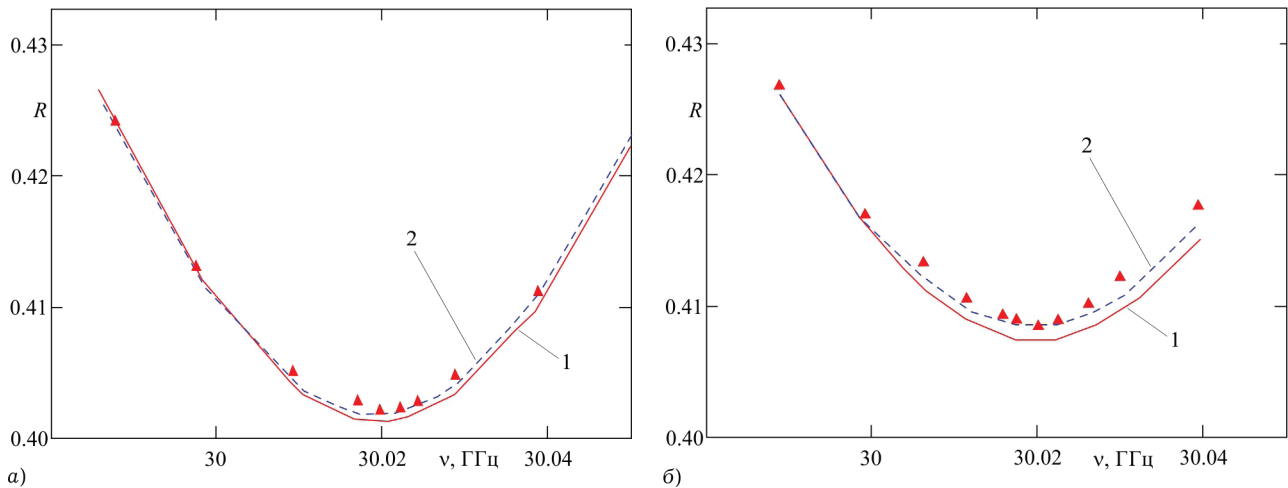


Рис. 5. Частотные зависимости коэффициента отражения от слоя магнитной жидкости при температурах 253 К (а) и 293 К (б), экспериментальные точки показаны треугольниками: 1 – частотная зависимость без учета агломератов; 2 – частотная зависимость с учетом агломератов, распределенных по объему магнитной жидкости

На рис. 5 показаны частотные зависимости коэффициента отражения электромагнитного излучения СВЧ-диапазона для магнитной жидкости при различных температурах для схемы измерений, представленной на рис. 2. Кривая 1 рассчитана без учета агломератов, кривая 2 – с учетом агломератов, образующихся при величине внешнего магнитного поля 11.5 кЭ, распределенных по объему магнитной жидкости. Из рисунка видно, что частотная зависимость, рассчитанная с учетом пространственного распределения агломератов, лучше совпадает с экспериментальными данными (показанными треугольниками), чем зависимость, рассчитанная без учета агломератов.

Учет наличия агломератов в магнитной жидкости должен приводить к более точному теоретическому описанию взаимодействия магнитной жидкости с электромагнитной волной СВЧ-диапазона и, соответственно, к увеличению точности определения параметров [6]. Для учета распределения агломератов по поперечному сечению (рис. 6, а) использовали теорию возмущений [10]. Объем магнитной жидкости представлялся в виде многослойной структуры, состоящей из множества чередующихся слоев – с агломератами магнитных частиц и без агломератов. Для учета распределения агломератов по продольному направлению использовался метод матриц передачи (рис. 6, б) [11].

В результате решения обратной задачи были определены средний диаметр магнетитовых частиц (8,28 нм), объемная доля твердой фазы (0,135), диэлектрическая проницаемость (3,19) и тангенс угла диэлектрических потерь (0,052).

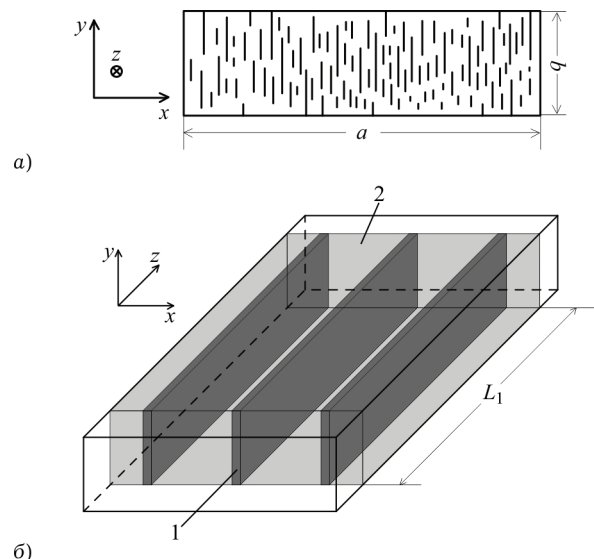


Рис. 6. Схематичное изображение агломератов в поперечном сечении волновода (а): a – длина широкой стенки волновода; b – длина узкой стенки волновода; схематичное изображение слоя магнитной жидкости с агломератами, протяженными вдоль направления распространения СВЧ-излучения, вдоль оси z (б): 1 – агломераты магнитных частиц в магнитной жидкости 2; L_1 – толщина слоя с агломератами

Полученные значения среднего диаметра магнетитовых частиц и объемной доли твердой фазы с учетом агломератов лучше согласуются с независимыми измерениями диаметра магнетитовых частиц по кривой намагниченности [12], чем без учета агломератов.

Заключение

Таким образом, в ходе решения обратной задачи показана возможность определения искоемых параметров образца кремния и магнитной жидкости. Установлено, что учет пространственного распределения агломератов магнит-

ных частиц в магнитной жидкости и учет двух механизмов рассеяния носителей заряда в кремнии позволяет добиться лучшего согласования экспериментальных данных и результатов расчетов, что открывает возможность повышения точности в определении параметров. Следует отметить, что учет температурных зависимостей параметров, определяющих коэффициент отражения, позволяет полностью исключить неоднозначность в определении комплекса искоемых параметров.

Список литературы

1. Усанов Д.А., Постельга А.Э. Определение толщины, электропроводности и энергии активации примеси полупроводниковых слоев по спектру отражения СВЧ-излучения // Дефектоскопия. 2014. № 5. С. 60–68.
2. Измерения толщины нанометровых слоев металла и электропроводности полупроводника в структурах металл–полупроводник по спектрам отражения и прохождения электромагнитного излучения / Д.А. Усанов [и др.] // Журнал технической физики. 2006. Т. 76. Вып. 5. С. 112–117.
3. Усанов Д.А., Постельга А.Э., Алтынбаев С.В. Определение параметров магнитной жидкости по температурной зависимости сверхвысокочастотного спектра отражения // Журнал технической физики. 2013. Т. 83. Вып. 11. С. 30–33.
4. Шкловский Б.И., Эфрос А.Л., Электронные свойства легированных полупроводников. М.: Наука, 1979. 358 с.
5. Температурная зависимость коэффициента отражения микроволнового излучения от слоя магнитной жидкости / Д.А. Усанов [и др.] // ЖТФ. 2006. Т. 76. № 11. С. 126–129.
6. Определение параметров магнитной жидкости по отражению сверхвысокочастотного излучения / Д.А. Усанов [и др.] // ЖТФ. 2001. Т. 71. № 12. С. 26–29.
7. Фистуль В.И. Введение в физику полупроводников; 2-е изд., перераб. и доп. М.: Высш. шк., 1984. 352 с.
8. Ильинская Л.С., Подмарьков А. Н. Полупроводниковые тензодатчики. М.; Л.: Энергия, 1966. 120 с.
9. Скворцов А.А., Литвиненко О.В., Орлов А.М. Определение констант деформационного потенциала n-Si, p-Si по концентрационному ангармонизму // Физика и техника полупроводников. 2003. Т. 37. № 1. С. 17–21.
10. Никольский В.В. Гиротропное возмущение волновода // Радиотехника и электроника. 1957. Т. 2. № 2. С. 157–171.
11. Измерения толщины нанометровых слоев металла и электропроводности полупроводника в структурах металл–полупроводник по спектрам отражения и прохождения электромагнитного излучения / Д.А. Усанов [и др.] // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 5. С. 112–117.
12. Дьяченко С.В., Жерновой А.И. Определение магнитных характеристик наночастиц $MgFe_2O_4$, полученных глицин-нитратным синтезом // ЖТФ. 2016. Т. 86. Вып. 12. С. 78–80.

Multi-phase measurements of structure by microwave waveguide methods

D.A. Usanov, A.E. Postel'ga, T.S. Bochkova, K.A. Gurov, S.V. Igonin

The possibility of simultaneous determination of parameters from the temperature dependence of the reflection spectrum of microwave (microwave) radiation for magnetic fluids and silicon. The dielectric constant, the volume fraction of the solid phase, the tangent of the dielectric loss angle, and the diameter of the magnetic fluid particles, and the thickness silicon sample, conductivity, effective mass, the activation energy and concentration boron in silicon are determined. It is shown that taking into account the dimensions and spatial arrangement of agglomerates from magnetite nanoparticles for magnetic fluids and temperature dependence concentration and mobility under the influence of two mechanisms of dispersion leads to an increase in the accuracy in determining the required parameters.

Keywords: magnetic fluid, structural organization of ferromagnetic nanoparticles, microwave radiation, semiconductor, conductivity, effective mass, thickness of layer, impurity concentration, the least-squares method.