



Autoreferat rozprawy doktorskiej

Metoda bezstykowego wyznaczania rezystancji cienkich warstw przewodzących

mgr inż. Włodzimierz Stec

Promotor: dr hab. Edward Leja, prof. AGH – Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

Recenzenci: prof. dr hab. inż. Michał Szyper – Akademia Górniczo-Hutnicza w Krakowie

dr hab. inż. Włodzimierz Kalita, prof. PRz – Politechnika Rzeszowska

Wstęp

Wzrost wymagań stawianych cienkowarstwowym powłokom nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych powoduje szybki postęp w technologii ich wytwarzania. Dzięki sterowaniu parametrami procesu osadzania cienkiej warstwy możemy wpływać na jej parametry i własności, takie jak: grubość, twardość, rezystancja, transmisja i odbicie światła itp. Coraz częściej wymagana jest przy tym bieżąca kontrola parametrów produktu, zanim opuści on komorę procesową. Pomiar rezystancji warstwy za pomocą metod stykowych może powodować uszkodzenie gotowego wyrobu, ponadto nie daje możliwości wykonywania pomiaru wewnątrz próżniowej linii technologicznej. W przypadku powłok rozpatrywanych w niniejszej pracy, mierzonym parametrem jest rezystancja warstwy przewodzącej. Pomiar taki powinien być przeprowadzany bezstykowo, aby nie doprowadzić do uszkodzenia delikatnej struktury.

W pracy będącej wynikiem doświadczeń zebranych podczas wdrażania prototypowej przemysłowej linii nanoszenia cienkich powłok, zaproponowano metodę pomiarową umożliwiającą kontrolę rezystancji cienkich warstw przewodzących. Obiektem badań były powłoki nanoszone na podłoże szklane z przeznaczeniem do zastosowań w budownictwie. Opracowana metoda pozwala na prowadzenie pomiarów w wybranych punktach wielkoformatowej tafli szklanej w sposób niepowodujący uszkodzenia uzyskanego wyrobu. Możliwe jest również wykonanie taniego przyrządu do kontroli rezystancji cienkich warstw przewodzących uzyskiwanych technikami jonowymi, bazującego na omawianej metodzie.

Oryginalnym wkładem autora w problematykę jest zmodyfikowanie metody wykorzystującej prąd wirowy do pomiaru rezystancji cienkich warstw przewodzących poprzez opracowanie procedur badawczych oraz sposobu obliczania impedancji warstw na podstawie krzywych rezonansowych. Ponadto autor zaproponował sposób weryfikacji uzyskanych wyników badań.

Cel i teza pracy

Celem pracy jest opracowanie metody oraz stanowiska badawczego, które wraz z zaproponowanym sposobem analizy danych doświadczalnych będzie umożliwiać bezdotykowy pomiar rezystancji elektrycznej cienkich warstw przewodzących.

Przeprowadzone badania wstępne pozwoliły autorowi na sformułowanie następującej tezy pracy:

Możliwe jest opracowanie systemu pomiarowego działającego na zasadzie dynamicznego wymuszania przebiegu pola elektromagnetycznego wywołującego prąd wirowy w badanej warstwie przewodzącej i wyznaczania ich reakcji zwrotnej na czujnik wytwarzający pole pobudzające. Reakcja zwrotna jest identyfikowana przy wykorzystaniu właściwości rezonansu w obwodzie szeregowym złożonym z cewki przetwornika pomiarowego i elementów systemu pomiarowego.

Wykazanie prawdziwości przyjętej tezy przeprowadzono na podstawie analizy teoretycznej, symulacji komputerowych oraz badań eksperymentalnych.

Założenia badawczo-projektowe

W powszechnej sprzedaży brak jest oferty mierników umożliwiających bezstykowy pomiar rezystancji warstw o wartościach charakterystycznych dla warstw uzyskiwanych technikami jonowymi, autor pracy zdecydował się na opracowanie przyrządu, który będzie to umożliwiał. W trakcie pracy okazało się, że ze względu na stosunkowo dużą rezystancję powierzchniową warstwy (R_s), konieczna jest modyfikacja metody prądów wirowych w taki sposób, aby możliwy był pomiar rezystancji warstwy odnoszonej do pola kwadratu o wartościach do 200Ω , przy równoczesnym oddaleniu czujnika pomiarowego od mierzonej warstwy na odległość do kilku milimetrów.

Metoda powinna spełniać następujące wymagania:

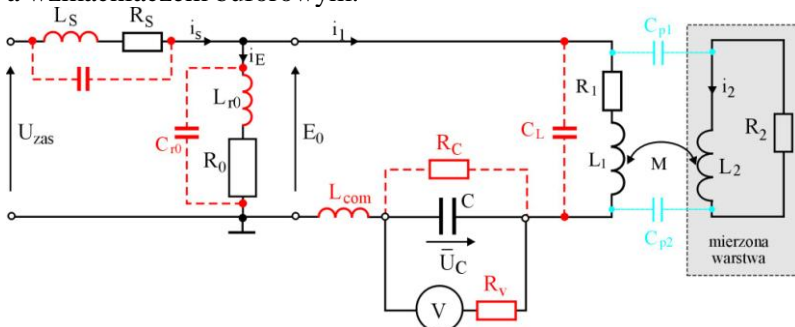
- nie powinna uszkadzać warstwy;
- powinna umożliwiać pomiar wielkoformatowych warstw przewodzących w miejscu ich wytwarzania;
- powinna umożliwiać pomiar warstw wolno przesuujących się wzdłuż linii.

W odróżnieniu od dotychczas stosowanego sposobu analizy wyników w tomografii wiroprowadowej, w pracy zaproponowano nową procedurę wyznaczania składowych impedancji przeniesionej z warstwy do czujnika pomiarowego, która polega na pomiarze wartości napięcia w punkcie rezonansu oraz różnicy wartości częstotliwości rezonansowej zmierzonej przy oddziaływaniu warstwy i bez oddziaływania. Zastosowanie zaproponowanych rozwiązań pozwala ponadto na zwiększenie odporności urządzenia na zakłócenia pochodzące od czynników zewnętrznych, co jest zagadnieniem niezmiernie ważnym w przypadku wykorzystywania przyrządu w warunkach przemysłowych. Zaproponowana analiza metrologiczna umożliwia wyznaczanie składowej czynnej oraz biernej impedancji przenoszonej do czujnika pomiarowego, a tym samym możliwość wyznaczania (w szerokim zakresie) rezystancji warstwy. Brak kontaktu czujnika pomiarowego z badaną warstwą umożliwia realizowanie pomiarów warstw będących w ruchu.

W badaniach skoncentrowano się zwłaszcza na powłokach wykonywanych ze stali chromoniklowej (1H18N9T). Objęto nimi także warstwy innego typu, np. ze srebra, aluminium, złota, miedzi oraz struktury dwuwarstwowe Cu/Ni. Opracowana metoda może znaleźć zastosowanie do pomiaru specyficznej grupy warstw, uzyskiwanych w procesie jonowego rozpylania. Tego typu warstwy charakteryzują się niewielką grubością, wynoszącą od 50 – 1000 nm oraz stosunkowo dużą rezystancją odnoszoną do pola kwadratu. Rezystywność uzyskanej tą techniką warstwy jest większa niż rezystywność litego materiału (tarczy z której technika jonową jest rozpylana), a spowodowane jest to zjawiskiem rozmiarowym (mała grubość) oraz dużą liczbą defektów struktury.

Badania symulacyjne

Modelem opisującym badany obiekt są równania matematyczne umożliwiające wyznaczenie wszystkich niezbędnych współczynników wchodzących jako stałe do modelu przetwornika pomiarowego. Charakterystyki poszczególnych bloków funkcyjnych toru pomiarowego modelowano w sposób numeryczny, a uzyskane wyniki weryfikowano w sposób eksperymentalny. Numeryczne wyznaczanie charakterystyk odpowiedzi systemu pomiarowego na pobudzenia zadanymi sygnałami wymaga zdefiniowania modeli bloków funkcjonalnych. Sposób budowy oraz matematyczny opis modelu w dużym stopniu uzależniony jest od wykorzystywanego oprogramowania. W przyjętym modelu założono, że wszystkie podzespoły systemu traktowane są jako elementy skupione, za wyjątkiem sprzężenia bezpośredniego pomiędzy generatorem w.c.z. a wzmacniaczem buforowym.



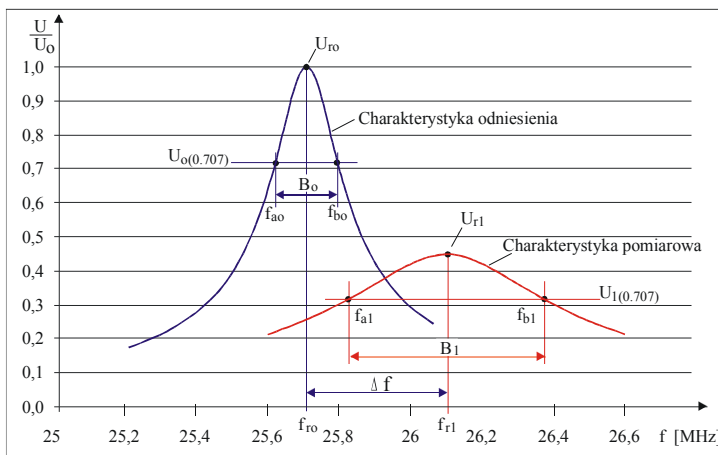
Rys. 1. Schemat zastępczy głowicy pomiarowej

W badaniach modelowych, głowica pomiarowa zasilana jest przemiennym sygnałem o ustalonej amplitudzie (rys. 1), opisana została układem równań Kirchhoffa. W chwili rezonansu przez szeregowy obwód $R_1 L_1 C$ płynie prąd o wartości $E_0/(R_1+R_0)$. Na kondensatorze C odkłada się napięcie, które mierzone jest przez przetwornik a/c za pośrednictwem wysokoimpedancyjnego szerokopasmowego wzmacniacza buforowego, detektora wartości szczytowej, wzmacniacza m.c.z. Uzupełnieniem systemu pomiarowego jest komputer, który rejestruje i archiwizuje dane pomiarowe. Przetwornik pomiarowy usytuowany jest na statywie umożliwiającym zmianę odległości pomiędzy czujnikiem a mierzoną warstwą oraz przesuw w osiach ($x - y$) równoległych do warstwy.

Zmiany przenoszone do cewki pomiarowej zależne są od rezystancji, jaką napotyka pływające w warstwie prądu wirowe oraz od współczynnika sprzężenia cewki z warstwą. Czułość metody uzależniona jest od częstotliwości pracy i doboru parametrów przetwornika pomiarowego. Dla warstw charakteryzujących się dużymi rezystancjami wykorzystuje się częstotliwości pracy z przedziału od 10 MHz do kilkuset MHz.

W prowadzonych badaniach obiektem pomiaru była cienka warstwa przewodząca uzyskiwana technikami jonowymi. Duża rezystancja tego typu warstw powoduje, że indukujące się w warstwie prądy wirowe mają małe wartości. W celu pomiaru parametrów takich warstw konieczne jest stosowanie rozwiązania układowego charakteryzującego się dużą czułością. Ze względu na przeznaczenie układu do zastosowań przemysłowych, przyjęte rozwiązanie powinno minimalizować wpływ zakłóceń na wyniki pomiarów.

Dla tak sformułowanego zadania badawczego dobrano metodę, strukturę oraz elementy systemu informacyjno-pomiarowego realizującego operację identyfikacji parametrów warstwy i określono procedury działań, m.in. procedury wyznaczania niepewności otrzymywanych pojedynczych wyników pomiaru, reprezentujących odpowiedź na sygnał pobudzający przetwornik pomiarowy, a także niepewność wyznaczania parametrów przyjętego a priori modelu obiektu. W celu zwiększenia czułości metody zastosowano czujnik indukcyjny pracujący w układzie rezonansu szeregowego. Przeprowadzone pomiary wykazały, że wykorzystując zaproponowaną metodę pomiarową wraz ze sposobem analizy metrologicznej można uzyskać odpowiednią czułość na zmianę impedancji przetwornika. Duża czułość umożliwia wykonywanie pomiarów również przy oddaleniu warstwy od czujnika do kilku milimetrów.

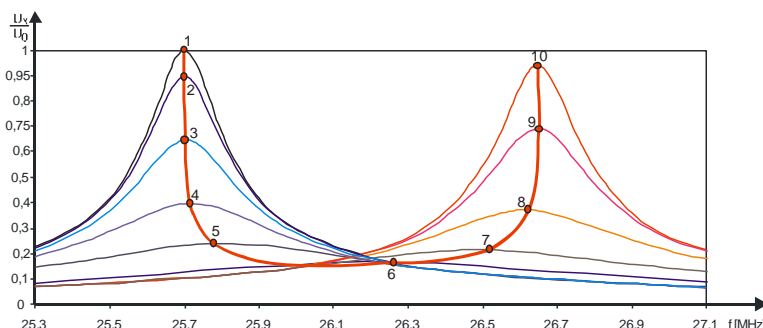


Rys. 2. Unormowane napięcie na kondensatorze pomiarowym w funkcji częstotliwości – krzywa 1 brak oddziaływania warstw, krzywa 2 – z oddziaływaniem

W wyniku przestrajania częstotliwości sygnału wejściowego, napięcie na kondensatorze U_c (rys. 1) zmienia się zgodnie z krzywą rezonansową. Wartość U_{r0} na charakterystyce odniesienia (rys. 2) odpowiada maksymalnej wartości napięcia przy częstotliwości rezonansowej i braku oddziaływania warstwy na cewkę (pusty przetwornik). Pod wpływem oddziaływania warstwy następuje zmiana charakterystyki polegająca na obniżeniu się punktu maksymalnej wartości napięcia oraz zmianie częstotliwości rezonansowej. Położenie punktu maksymalnego napięcia zależy od rezystancji, jaką napotyka indukując się w warstwie prądy wirowe.

Na rys. 3 przedstawiono unormowaną zależność maksymalnej wartości napięcia przetwornika pomiarowego w funkcji wartości częstotliwości dla warstw o różnych wartościach rezystancji. Prezentowane wartości napięć odnoszone są do napięcia przetwornika pomiarowego bez oddziaływania warstwy.

Na rys. 3 przedstawiono unormowaną



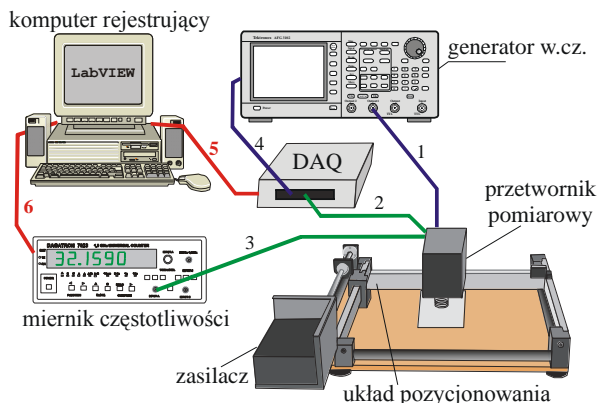
Rys. 3. Unormowana krzywa amplitud napięcia przetwornika pomiarowego w funkcji częstotliwości rezonansowej sygnału dla warstw o różnych rezystancjach

Z analizy krzywej wyznaczonej poprzez połączenie punktów rezonansowych warstw o różnych wartościach rezystancji (rys.3) wynika, że wraz ze zmniejszaniem się wartości rezystancji powierzchniowej warstwy następuje obniżenie wartości napięcia rezonansu, przy pomijalnie małej zmianie wartości częstotliwości. Dalsze zmniejszanie się wartości rezystancji warstwy powoduje relatywnie mniejsze zmiany wartości mierzonego napięcia, ale następuje wzrost wartości częstotliwości rezonansowej układu pomiarowego.

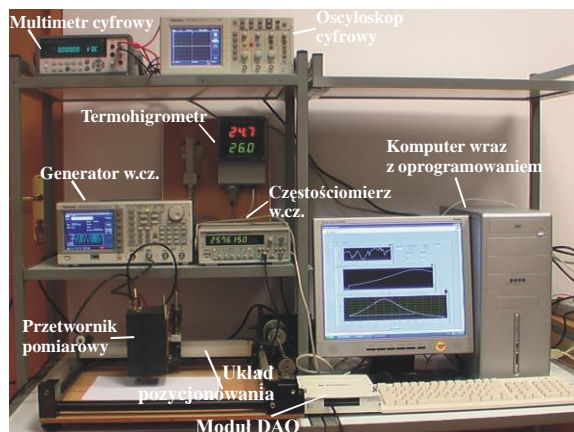
Istnieje jednak graniczna wartość rezystancji, powyżej której dalszemu zmniejszaniu się wartości rezystancji powierzchniowej warstwy towarzyszy wzrost wartości sygnału, przy równoczesnym wzroście wartości częstotliwości charakterystycznej.

Badania doświadczalne

W skład zaprojektowanego i wykonanego przez autora pracy przetwornika pomiarowego weszły: wejściowy szerokopasmowy wzmacniacz w.cz. (0÷50MHz), pracująca w rezonansie szeregowym głowica pomiarowa, wyjściowy szerokopasmowy wzmacniacz w.cz. (0÷50MHz), detektor w.cz. oraz wzmacniacz m.cz. Główną funkcją systemu pomiarowego było wytworzenie na wejściu przetwornika pomiarowego ściśle określonego sygnału pobudzającego i rejestracja odpowiedzi układu na zadane wymuszenie. Prezentowane w pracy pomiary zrealizowano za pomocą zaprojektowanego i skonstruowanego systemu pomiarowego (rys. 4 oraz rys. 5).



Rys. 4. Schemat funkcjonalny stanowiska pomiarowego.
 1- sygnał w.cz.; 2 - napięciowy sygnał wyjściowy;
 3 - pomiar częstotliwości; 4 - zadawanie częstotliwości;
 5 - łącze USB; 6 - łącze RS 232C

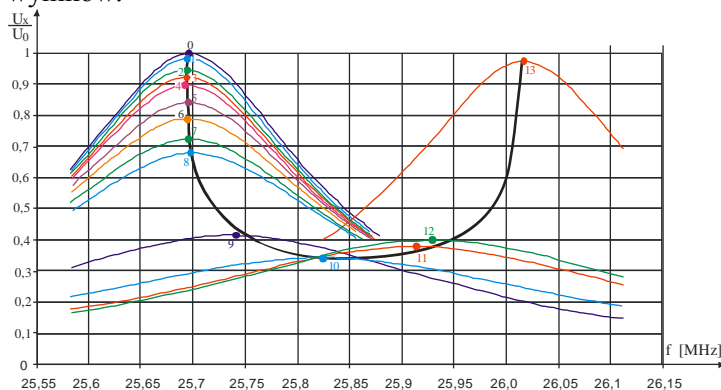


Rys. 5. Stanowisko pomiarowe

Mierzonymi sygnałami były:

- wartość napięcia U_C odkładającego się na kondensatorze C - pomiar za pomocą modułu akwizycji danych za pośrednictwem wysokoimpedancyjnego, szerokopasmowego wzmacniacza buforowego, detektora szczytowego oraz wzmacniacza DC;
- wartość częstotliwości napięcia - pomiar częstościomierzem cyfrowym.

Rejestrowaniu podlegały serie pomiarów napięcia, o zadeklarowanej liczności, które były odpowiedzią przetwornika pomiarowego na oddziaływanie badanej warstwy. Średnia wartość z zarejestrowanego podzbioru wyników stanowiła wynik „pojedynczej realizacji pomiarowej”. Aplikacja akwizycji danych umożliwiała wyznaczenie pojedynczej realizacji pomiarowej na podstawie średniej lub mediany podzbioru wyników.



Rys. 6. Wyniki pomiaru oddziaływania warstw

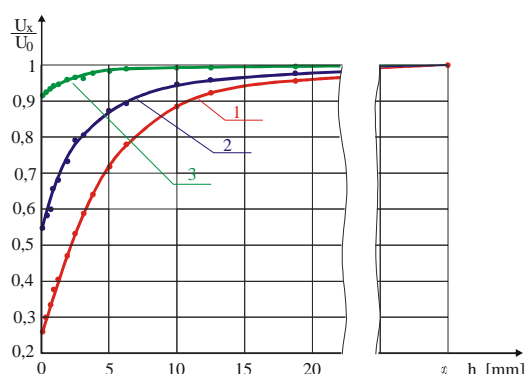
- sterowanie generatorem w.cz oraz modulem kondycjonowania wyników pomiarów, rejestracja oraz archiwizacja wyników pomiaru;
- wizualizacja rozkładu wyników pomiaru w zadanych seriach pomiarowych oraz wyznaczanie podstawowych statystycznych estymat mierzonej wielkości.

W odniesieniu do różnych możliwych sposobów prowadzenia pomiarów z wykorzystaniem opracowanej metody, zaproponowano trzy alternatywne procedury realizacji pomiarów, różniące się

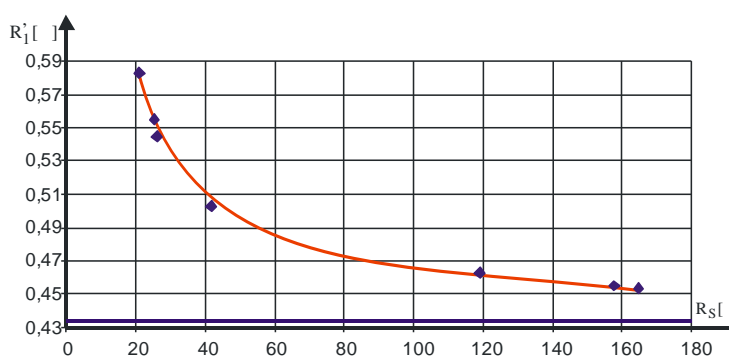
Charakterystyka odpowiedzi przetwornika pomiarowego na oddziaływanie badanej warstwy (kolor czarny rys.6) została wygenerowana na podstawie serii pomiarów o zadeklarowanej liczności z jego charakterystyk przetwarzania dla warstw testowych.

Akwizycja oraz archiwizacja danych pomiarowych dokonywana była przy wykorzystaniu komputera PC z oprogramowaniem własnym, zrealizowanym na platformie pakietu LabVIEW. Opracowano dwie aplikacje, których zadaniem było:

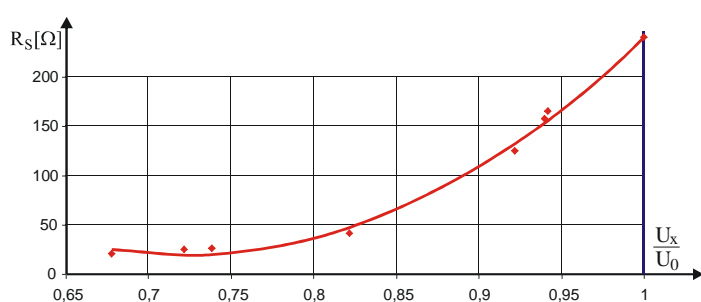
stopniem uproszczenia i zakresem uzyskiwanych informacji. Na rysunkach 7, 8 i 9 zaprezentowano wyniki pomiarów uzyskanych dla próbek warstw wykonanych ze stali chromoniklowej 1H18N9T.



Rys. 7. Unormowane napięcie przetwornika pomiarowego w funkcji odległości czujnik-warstwa



Rys. 8. Zależność rezystancji czujnika pomiarowego w funkcji rezystancji warstwy odnoszonej do pola kwadratu



Rys. 9. Charakterystyka rezystancji powierzchniowej warstwy w funkcji względnej wartości napięcia U_c mierzonego na kondensatorze pomiarowym w stanie rezonansu

Wraz z oddalaniem czujnika pomiarowego od warstwy przewodzącej (rys. 7.), wartość rezystancji wnoszona do jego obwodu zmniejsza się, a tym samym wzrasta wartość napięcia na wyjściu przetwornika. W granicznym przypadku rezystancja czujnika osiąga wartość minimalną, a napięcie wartość równą wartości napięcia odniesienia. Wyznaczanie parametrów badanej warstwy odbywa się dla ustalonej odległości czujnika względem warstwy. Na podstawie krzywej przetwarzania możliwe jest obliczenie wartości

jej rezystancji.

Dokładność wyników pomiarów

W ramach prezentowanej pracy przeprowadzono obszerną analizę błędów i niepewności metody pomiarowej w odniesieniu do wyników uzyskiwanych w ramach modelowania, jak również rzeczywistych pomiarów. Podstawą szacowania jakości uzyskiwanych wyników było utworzenie bilansu błędów i niepewności. Tak sporządzona analiza błędów i niepewności stanowiła podstawę do określenia dokładności realizowanych pomiarów. Spośród zidentyfikowanych czynników wpływających, część miała pomijalnie mały wpływ na wynik pomiaru. Z tego też względu w końcowej ocenie niepewności pomiaru zostały one pominięte. Na podstawie analizy wyników uzyskiwanych w trakcie badań przyjęto następujące ustalenia:

- uznano, że w analizie dokładności wyniku uwzględnić należy niepewność wyznaczoną metodą typu A (metodami statystycznymi) w odniesieniu do pomiaru wartości napięcia na wyjściu przetwornika pomiarowego oraz wartości częstotliwości sygnału dla punktu rezonansu ($u_{\%}(U)$);
- niepewność wyznaczenia wartości częstotliwości ($u_{\%}(f)$),
- niepewność ustalenia odległości pomiędzy czujnikiem pomiarowym, a mierzoną warstwą ($u_{\%}(h)$) wyznaczona metodą typu B (na podstawie wszystkich dostępnych informacji o czynnikach mogących wpływać na niepewność pomiaru);
- niepewność wyznaczenia wartości rezystancji powierzchniowej warstw testowych ($u_{\%}(R_{wj})$).

Uwzględniając powyższe uwagi względna niepewność ujmuje cztery główne składniki:

$$u_{\%}(R_S) = \sqrt{u_{\%}^2(U) + u_{\%}^2(f) + u_{\%}^2(h) + u_{\%}^2(R_{wj})}$$

Przyjmując rozkład normalny i zakładając poziom ufności równy 0,95 całkowita rozszerzona niepewność wyznaczenia wartości rezystancji R_S (odnoszonej do pola kwadratu) najcieńszej z badanych warstw (164 Ω) oddalanej od czujnika na odległość 1 mm wynosi 6,7%, a na odległość 2 mm – 6,3%. W miarę wzrostu grubości warstwy przedział niepewności uzyskiwanego wyniku zmniejsza się.

Podsumowanie

Przeprowadzone badania na modelach matematycznych oraz weryfikacja uzyskanych wyników za pomocą rzeczywistego eksperymentu pomiarowego pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

- opracowany system pomiarowy, wykorzystujący zjawisko indukowania prądów wirowych, umożliwia bezstykowy pomiar wartości rezystancji powierzchniowej warstw przewodzących i może być wykorzystany do oceny ich własności elektrycznych;
- praca czujnika pomiarowego w układzie szeregowego obwodu rezonansowego zapewnia dużą czułość oraz wzrost odporności urządzenia na zakłócenia pochodzące od czynników zewnętrznych, co jest niezmiernie ważne w przypadku wykorzystywania przyrządu w warunkach przemysłowych;
- zaprojektowany i wykonany układ pomiarowy umożliwia oddalenie czujnika pomiarowego od mierzonej cienkiej warstwy na odległość do 5 mm (dla warstw 1H18N9T), a w przypadku warstw o większych wartościach przewodności nawet do 20 mm.

Za najważniejszy wkład autora w badaną problematykę można uznać:

1. Zaproponowanie modyfikacji metody wykorzystującej prądy wirowe do pomiaru wartości rezystancji cienkich warstw przewodzących;
2. Opracowanie procedur badawczych i sposobu obliczania wartości impedancji warstwy na podstawie krzywych rezonansowych.
3. Zaproponowanie sposobu weryfikacji przyjętego matematycznego modelu metody pomiarowej za pomocą warstw testowych o określonych własnościach.

Uzyskane rezultaty badań potwierdziły przyjętą tezę pracy oraz przydatność opracowanej metody do pomiaru rezystancji cienkich warstw przewodzących uzyskiwanych technikami jonowymi.

Publikacje doktoranta

1. Stec W.: Identyfikacja niektórych parametrów warstw przewodzących z wykorzystaniem metody prądów wirowych. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej. nr 233, seria Elektrotechnika, z.29. Oficyna Wydawnicza PRz. Rzeszów 2006.
2. Stec W.: Modelowanie wiropądowego przetwornika do pomiaru konduktywności cienkich warstw przewodzących. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej. Elektrotechnika z. 28. Rzeszów 2005.
3. Borek R., Stec W.: Dokładność metody i niepewność wyników pomiaru konduktywności warstw metalicznych z wykorzystaniem prądów wirowych. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej. Elektrotechnika z. 27. Rzeszów 2004
4. Stec W.: Badanie właściwości cienkich warstw metalicznych metodą porównań odpowiedzi na pobudzenie polem elektromagnetycznym. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej nr 220, Elektrotechnika z. 27. Rzeszów 2004
5. Borek R., Stec W.: Wiropądowa metoda badania cienkich niemagnetycznych warstw przewodzących naniesionych na podłoże szklane. Pomiary Automatyka Kontrola nr 7/8'2003. Warszawa 2003.
6. Stec W.: Modelowanie wpływu czynników oddziałujących na pracę wiropądowej rezonansowej głowicy pomiarowej. XI Międzynarodowe Seminarium Metrologów „Metody i technika przetwarzania sygnałów w pomiarach fizycznych” Rzeszów 17-20.09.2003.
7. Stec W.: Badanie cienkich warstw przewodzących metodą prądów wirowych. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej. Elektrotechnika z. 22. Rzeszów 2002.
8. Stec W.: Identyfikacja oddziaływań warstwy przewodzącej na parametry mierzalne głowicy pomiarowej w badaniach wiropądowych. Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej nr 200. Elektrotechnika z.24. OW PRz. Rzeszów 2002.
9. Borek R., Stec W.: Zastosowanie prądów wirowych do badania cienkich warstw przewodzących naniesionych na podłoże szklane. Materiały VIII MSM. Metody i technika przetwarzania sygnałów w pomiarach fizycznych. Rzeszów 2000.
10. Stec W.: Pomiar rezystancji jako sposób oceny metalicznych warstw cienkich nanoszonych metodą rozpylania. Materiały V MSM. Metody i technika przetwarzania sygnałów w pomiarach fizycznych. Rzeszów 24-26.11.1997.