

金刚石对顶砧中触点位置误差对样品电阻率测量精度的影响*

吴宝嘉¹⁾²⁾ 韩永昊²⁾ 彭刚²⁾ 金逢锡¹⁾ 顾广瑞¹⁾ 高春晓^{2)†}

1) (延边大学理学院, 延吉 133002)

2) (吉林大学超硬材料国家重点实验室, 长春 130012)

(2011年2月23日收到; 2011年6月21日收到修改稿)

利用有限元分析方法, 研究了金刚石对顶砧中电极与样品接触点位置变化对范德堡法测量样品电阻率精度的影响. 结果表明: 当电极中心与样品边缘的间距 $b \leq d/9$ (d 为样品直径) 时能得到精确的电阻率测量结果; 当电极位置远离样品边缘而逐渐接近样品中心时, 其位置变化对电阻率测量精度的影响迅速增大; 相同的电极位置变化对具有较大电阻率的半导体样品电阻率测量精度的影响更明显.

关键词: 电阻率, 有限元方法, 金刚石对顶砧

PACS: 72.80.-r, 02.70.Dh, 07.35.+k

1. 引言

范德堡法被广泛用来测定任意形状的薄片材料样品的电学性质, 最早是由 Grzybowski 和 Ruoff^[1] 引入到高压研究领域并逐渐获得发展^[2,3]. 而薄膜微电路技术的广泛应用进一步拓展了高压实验技术的发展空间并逐渐与理想的实验条件接近^[3-7]. 通常情况下, 在金刚石对顶砧(DAC)装置的高压腔体中电极与样品的尺寸都很小(直径一般为微米级), 而测量电极与样品的接触点位置可能随测试样品的持续被压缩而发生改变, 因此触点位置的变化对测量精度必然会产生影响. 于是, 利用传统的边界条件与修正关系会导致样品电阻率产生误差, 不利于准确分析样品在高压下的物性, 甚至可能会产生错误的分析结果. 近几年, Gao 研究小组^[7-12] 对 DAC 中的电学测量技术进行了针对性研究, 同时利用有限元分析(FEA)方法针对高压 DAC 中电阻率测量实验中样品与电极的变化因素进行理论模拟计算, 并获得了实验上很难观测到的数据^[13-15], Koon^[16] 则针对测量电极不在样品边缘导致电阻率

测量误差进行了相关讨论. 可是, 有关测量电极与样品的接触点位置变化对样品电阻率测量精度所造成影响的研究工作, 作者至今尚未见报道. 因此, 本文利用 FEA 方法分析了 DAC 中测量电极与样品触点位置变化对范德堡法测量样品电阻率精度的影响.

2. 实验与计算

为了更好地研究 DAC 中电极与样品触点位置变化对测量精度的影响, 我们建立了一个有限元模型, 如图 1 所示, 其中图 1(a) 为有限元模型, 图中 a 为电极边长, b 为电极中心到样品边缘的距离, 图 1(b) 为网格化后的有限元模型, 图 1(c) 为电极附近的网格放大图. 通常情况下, 网格越小说明精度越高, 当采用比某一网格更小的划分而不能使电极 C 与电极 D 间的电势结果更精确时, 我们认为当前的网格划分是合适的. 在模拟分析中, 所设定的探针位置及模型参数与我们实验中各参数是相同的^[8,15], 固定样品的电阻率而改变样品厚度, 通过样品厚度的改变进而反映出压力对样品的持续作

* 国家自然科学基金(批准号: 11164031, 50772041, 50772043, 10874053, 11074094, 50702033)和吉林省教育厅科学技术研究计划(批准号: 200927)资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: cxgao599@yahoo.com.cn

用^[13-15]. 选取电阻率为 $1 \times 10^4 \Omega\text{cm}$ 和 $2 \times 10^{-6} \Omega\text{cm}$ 分别作为典型半导体样品和金属样品的电阻率真实值, 研究高压下电阻率相对误差的变化情况. 实验模拟的主要参数如下: 样品半径为 $150 \mu\text{m}$, 样品厚度 t 在压力作用下在 $250-1 \mu\text{m}$ 间发生变化, 因而样品厚度 t 与直径 d 之比 t/d 也随之发生改

变; 作为金属探针的钼膜厚度为 $0.3 \mu\text{m}$, 其电阻率为 $5.7 \times 10^{-6} \Omega\text{cm}$, 探针尺寸为 $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$, 作为绝缘层的氧化铝膜厚度为 $2 \mu\text{m}$, 设计模型中电极 A 与电极 B 间通 $I_{AB} = 50 \mu\text{A}$ 的稳恒电流. 模拟范德堡法测量电阻率时样品内部电场分布, 经有限元计算后, 在电极 C 与电极 D 间获得电压 V_{DC} .

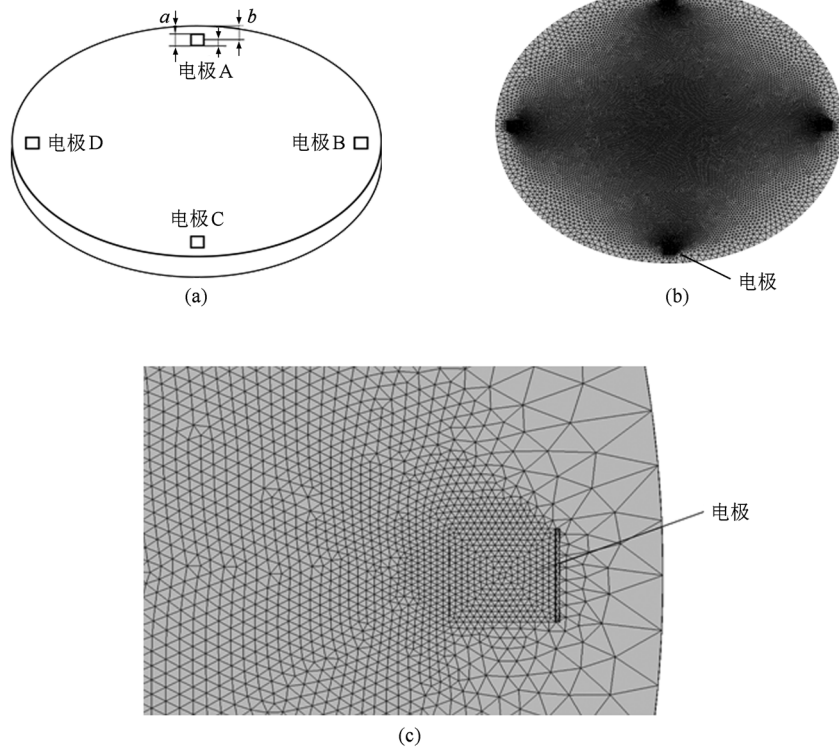


图1 模拟所用电极与样品接触点位置变化的有限元模型 (a)有限元模型, (b)典型有限元模型的网格化, (c)电极附近网格放大图

3. 结果及讨论

我们用相对误差表示 DAC 中样品电阻率的测量精度. 假设真实的样品电阻率为 ρ_0 , 计算得到的电阻率为 ρ , 则相对误差为 $(\rho - \rho_0)/\rho_0$. 样品电阻率 ρ 可由下列范德堡公式^[17] 求出:

$$\exp(-\pi R_a t / \rho) + \exp(-\pi R_b t / \rho) = 1. \quad (1)$$

此处, t 为各个压力点下的样品厚度. 当电极 A 与电极 B 两端通电流 I_{AB} 时, 测得电极 D 与电极 C 两端的电压为 V_{DC} ,

$$R_a = R_{AB} = V_{DC} / I_{AB},$$

其中 R_{AB} 为电阻; 当电极 A 与电极 D 两端通电流 I_{AD} 时, 得到电极 C 与电极 B 两端的电压 V_{BC} ,

$$R_b = R_{AD} = V_{BC} / I_{AD},$$

其中 R_{AD} 为电阻. 如样品对称, 则 $R_a = R_b = R$, (1) 式可简化为

$$\rho = (\pi t / \ln 2) R. \quad (2)$$

Huang 等^[13-15] 系统地研究了多种误差因素对范德堡测量精度的影响, 他们通过建立的点电极理想模型并获得了范德堡法测量电阻率时所能达到的理想精度曲线^[15], 由此可知测量精度仅依赖于样品厚度与直径比 t/d . 研究表明, 当 $t/d < 0.45$ 时能得到较精确的结果^[15] (定义相对误差小于 5% 的结果为精确). 图 2 所示为 $t = 25 \mu\text{m}$ 时电阻率相对误差与 t/d 的关系曲线. 图 2 给出的理想精度曲线可以作如下解释: 由 (2) 式可知, 测量精度主要取决于样品电阻率 ρ 值, 而样品电阻率 ρ 与样品厚度 t 成正比, 当样品较薄时, 样品侧面的电场可近似为均匀场; 当样品厚度增加时, 样品轴向的电场就会明

显地变得不均匀,而且在样品直径不变的情况下随厚度的增加电场的均匀性会越来越明显. 这就是范德堡法的测量误差随厚度增加而变大的原因. 因此,采用 $t/d < 0.45$ 的这条理论精确曲线,获得了 $b = 25 \mu\text{m}$ 时电阻率相对误差与样品厚度直径比的关系曲线. 由图 2 可以看出,不同样品的曲线具有与理想曲线一致的趋势. 这说明对于范德堡法而言,当电极放置在样品边缘并且边长 $a \leq d/10$ (d 为样品直径) 时能给出可信的结果^[15]. 压力会改变样品与电极间的相对位置,并且也会使电极与样品边缘之间的距离发生改变,此时测量高电阻率的样品,低电阻率材料的电极就可以作为等势体处理,因而等势线在电极附近会发生扭曲. 可以想见,在电极 C 和电极 D 分别靠近电极 B 和电极 A 处,等势线会扭曲得更厉害. 这样就会导致电极 C 与电极 D 之间的电势差要低于无电极时的电势差,由 (2) 式可知,测量得到的样品电阻率会比实际电阻率小,造成了测量误差;而且电极 C 和电极 D 处等势线扭曲得越厉害,测量误差就越大. 如果电极尺寸增大,在样品的表面造成的等势区域就会变大,那么就导致电极 C 和电极 D 间的电势差变得更小. 这样就解释了图 2 曲线所反映的现象. 从图 2 可以看出,不同样品的电阻率相对误差曲线与理想精度曲线存在误差,且半导体样品的电阻率相对误差曲线与理想精度曲线的误差更大,虽然测量结果是在定义的精度范围之内,但我们仍然认为这是由于电极位置变化造成的. 显而易见,在 DAC 加压过程中,压力必然使样品与电极间的接触点位置发生变化,而样品与电极位置的相对改变直接影响了测量结果的精确性. 于是,我们在保持模型其他参数不变的情况下,将电极位置变化作为实验变化条件进行有限元分析,研究了不同电极位置对电阻率测量精度的影响,结果如图 3 所示.

图 3 表明,电极位置与样品的中心越接近,两组样品的电阻率相对误差就越大,而且对于较大电阻率样品(半导体样品)相对误差有更显著的增加. 我们认为,电极与样品接触点的相对位置变化是客观存在的事实,而不同样品间明显的相对误差也表明电极尺寸是影响测量误差的重要因素. 这是因为对于大电阻率的样品而言,电极可看成等势体,导致相邻电极间电势差减小,因此电极的尺寸对电场梯度的作用更明显,于是会导致更大的测量误差. 当电极的电阻率和样品的电阻率相当时,在理论上可

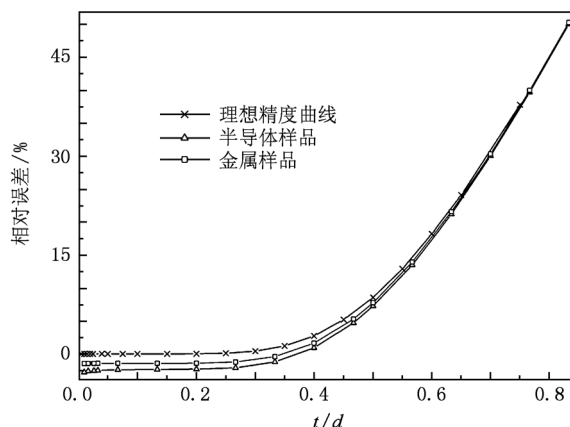


图 2 当 $b = 25 \mu\text{m}$ 时,样品电阻率相对误差与 t/d 的关系

将电极视作样品的一部分并和样品一起对电势起作用,由于电极尺寸相对于样品很小,因而对电势的影响就更小. 如图 3 所示:电极位置接近样品中心时电阻率误差变大,测量半导体样品时误差增大更明显. 当 b 变大时,同种样品间的误差间距也在增大,电极位置靠近样品中心的过程是电极与样品边缘的距离 b 快速增大的过程,当 $b = 35 \mu\text{m}$ 时相对误差大于 5%.

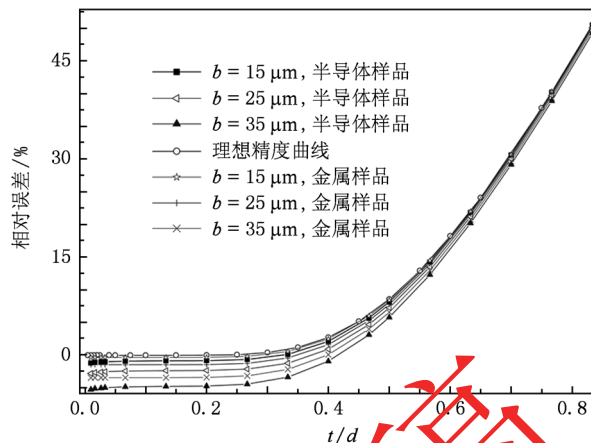


图 3 当 $b = 15, 25, 35 \mu\text{m}$ 时,样品电阻率相对误差与 t/d 的关系

既然电极的存在导致不同样品间测量精度的差异,而电极作为实验测量中的基本元素是不可或缺的,因此在实验过程中,我们只有制作出足够小的测量电极(如薄膜电极)并且控制电极与样品接触点的相对位置才能有效保证电阻率的测量精度. 由于每次实验样品的直径都不尽相同,于是我们建立了点接触模型,当精度值固定时,压力变化前后

所获得的 b 与样品直径 d 之间的比例关系保持不变. 此时, 我们忽略点接触的薄膜电极形变和 DAC 形变^[7,9], 并且认定测试样品在超高压力作用下厚度变化均匀^[9,18]. 利用 FEA 方法综合分析计算可知, 当 $b \leq d/9$ 时, 样品电阻率测量结果是精确的.

4. 结 论

我们利用 FEA 方法研究了电极与样品接触位

置的变化对范德堡法测量样品电阻率精度的影响. 结果表明, 在 DAC 中进行电阻率测量过程中, 电极位置变化和电极尺寸是影响测量精度的重要因素. 当电极逐渐接近样品中心位置时, 电极位置变化对测量精度的影响快速增大, 当 $b \leq d/9$ 时能得到精确的测量结果. 而相同的电极位置变化对具有较大电阻率的半导体样品的电阻率测量精度有更明显的影响, 对具有较小电阻率的金属样品则影响较小.

- [1] Grzybowski T A, Ruoff A L 1984 *Phys. Rev. Lett.* **53** 489
- [2] Sakai N, Kajiwara T, Tsuji K, Minomura S 1982 *Rev. Sci. Instrum.* **53** 4992502
- [3] Weir S T, Akella J, Aracne-Ruddle C, Vohra Y K, Catledge S A 2000 *Appl. Phys. Lett.* **77** 3400
- [4] Petersen C L, Grey F, Shiraki I, Hasegawa S H 2000 *Appl. Phys. Lett.* **77** 3782
- [5] Patterson J R, Catledge S A, Vohra Y K, Akella J, Weir S T 2000 *Phys. Rev. Lett.* **85** 5364
- [6] Velisavljevic N, MacMinn K M, Vohra Y K, Weir S T 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 927
- [7] Han Y H, Gao C X, Ma Y Z, Liu H W, Pan Y W, Luo J F, Li M, He C Y, Huang X W, Zou G T, Li Y, Li X, Liu J 2005 *Appl. Phys. Lett.* **86** 064104
- [8] Gao C X, Han Y H, Ma Y Z, White A, Liu H W, Luo J F, Li M, He C Y, Hao A M, Huang X W, Pan Y W, Zou G T 2005 *Rev. Sci. Instrum.* **76** 083912
- [9] Li M, Gao C X, Ma Y Z, Wang D, Li Y, Liu J 2007 *Appl. Phys. Lett.* **90** 113507
- [10] He C Y, Gao C X, Ma Y Z, Li M, Hao A M, Huang X W, Liu B G, Zhang D M, Yu C L, Zou G T, Li Y C, Li H, Li X D, Liu J 2007 *Appl. Phys. Lett.* **91** 092124
- [11] Liu C L, Han Y H, Wang Y, Peng G, Wu B J, Gao C X 2011 *Diam. Relat. Mater.* **20** 250
- [12] Wu B J, Han Y H, Peng G, Liu C L, Wang Y, Gao C X 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 4265 (in Chinese) [吴宝嘉、韩永昊、彭刚、刘才龙、王月、高春晓 2010 物理学报 **59** 4265]
- [13] Huang X W, Gao C X, Li M, He C Y, Hao A M, Zhang D M, Yu C L, Wang Y, Cui X Y, Zou G T 2007 *J. Appl. Phys.* **101** 064904
- [14] Huang X W, Gao C X, Zhang D M, Li M, He C Y, Hao A M, Yu C L, Liu C L, Wang Y, Zou G T 2007 *Appl. Phys. Lett.* **90** 204102
- [15] Huang X W, Gao C X, Han Y H, Li M, He C Y, Hao A M, Zhang D M, Yu C L, Zou G T 2007 *Appl. Phys. Lett.* **90** 242102
- [16] Koon D W 1989 *Rev. Sci. Instrum.* **60** 271
- [17] Van der Pauw L J 1958 *Philips Tech. Rev.* **20** 220
- [18] Merkel S, Hemley R J, Mao H K 1999 *Appl. Phys. Lett.* **74** 656

已收稿

The effect of variation in pressure-induced electrode position on the measurement accuracy of sample conductivity in a diamond anvil cell *

Wu Bao-Jia¹⁾²⁾ Han Yong-Hao²⁾ Peng Gang²⁾ Jin Feng-Xi¹⁾ Gu Guang-Rui¹⁾ Gao Chun-Xiao^{2)†}

1) (College of Science, Yanbian University, Yanji 133002, China)

2) (State Key Laboratory of Superhard Materials, Jilin University, Changchun 130012, China)

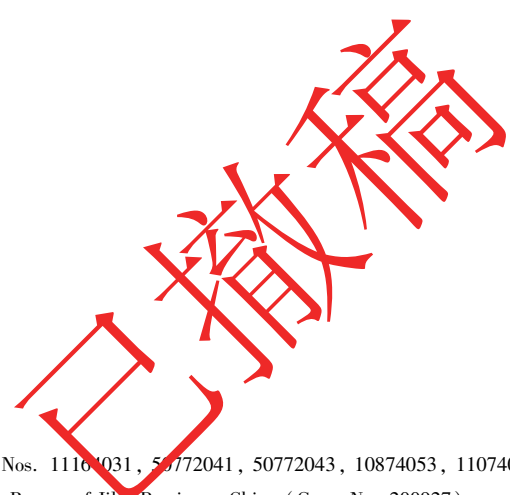
(Received 23 February 2011; revised manuscript received 21 June 2011)

Abstract

Using the finite element analysis, we study the effect of variation in pressure-induced electrode position on the measurement accuracy of the sample conductivity in diamond anvil cell with the Van der Pauw method. The results show that the electrode contact placement and electrode size play key roles in influencing the conductivity measurement accuracy. Theoretical computation reveals that the Van der Pauw method can provide an accurate result when the spacing between electrode center and sample periphery b is less than or equal to $d/9$ (d is the sample diameter). Otherwise, the closer to the sample center of the contact location, the more rapidly the sample conductivity accuracy error increases. Such an effect is more significant for the semiconductor sample with high resistivity with the electrode position variation is the same.

Keywords: conductivity, finite element analysis, diamond anvil cell

PACS: 72.80.-r, 02.70.Dh, 07.35.+k



* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 11164031, 50772041, 50772043, 10874053, 11074094, 50802033) and the Science and Technology Research Program of the Education Bureau of Jilin Province, China (Grant No. 200927).

† Corresponding author. E-mail: cxgao599@yahoo.com.cn