

Модификация метода СВЧ акустической резонаторной спектроскопии тонких слоев и пленок для измерений в широком частотном диапазоне

С.Г. Алексеев,* И.М. Котелянский, Н.И. Ползикова, Г.Д. Мансфельд

*Институт радиотехники и электроники имени В.А. Котельникова РАН,
Россия, 125009, Москва, ул. Моховая, д. 11, стр. 7*

(Статья поступила 16.11.2014; Подписана в печать 10.12.2014)

Спектр составного акустического резонатора (НВАР) является многомодовым и может содержать несколько тысяч резонансных пиков. Нами разработан комплекс программ, позволяющий записывать сканы спектра с произвольным шагом по частоте во всем диапазоне измерителя S-параметров. Благодаря высокой степени автоматизации обработки сканов мы получаем данные о параметрах (частота и ширина) каждого резонансного пика. Предлагаемый метод увеличивает точность ранее известного метода измерения скорости акустической волны (АВ) в материале путем сравнения спектров НВАР до и после нанесения исследуемого слоя. Для слоев толщиной в несколько длин волн новый метод позволяет получать данные о скорости АВ лишь из одного спектра.

PACS: 43.35.+d, 46.80.+j

УДК: 534-8

Ключевые слова: скорость звука, затухание акустической волны, акустическая резонаторная спектроскопия, НВАР, SPRF.

ВВЕДЕНИЕ

Многомодовый акустический резонатор (НВАР) своим появлением обязан достигнутому в конце XX века прогрессу в технологии получения тонких пьезоэлектрических пленок [1]. В состав НВАР входят монокристаллы с малыми акустическими потерями, а также тонкие пленки пьезоэлектриков и металлов микронной и субмикронной толщины, что позволяет получать чрезвычайно высокие значения добротности частотозадающих элементов. Спектр собственных резонансных частот составной структуры оказывается многочастотным (рис. 1).

Как видно из рисунка, резонансы расположены в частотной области почти эквидистантно — для каждого последующего резонанса добавляется набег фаз на длине структуры равный π . Каждому обертому соответствуют свои частоты резонанса и антирезонанса. По ширине этих резонансных пиков можно определить полное поглощение энергии АВ в структуре. Частотный интервал между соседними резонансами (или антирезонансами) может быть использован для измерения скорости звука в слоях, составляющих структуру.

Благодаря исключительной добротности НВАР, его используют в ряде практических применений, кроме того, его с успехом применяют как инструмент исследования. В работах [2–10] предложен и развит метод резонансной акустической спектроскопии тонких пластин (менее 0,5 мм) и пленок толщиной 10–100 нм. Установлена аналитическая связь между характерными точками на частотных характеристиках модуля и мнимой части импеданса, а также фазы коэффициента отражения резонаторных структур, измеряемых экспериментально, и коэффициентами затухания,

скоростями акустических волн и константами электро-механической связи в отдельных слоях и в структуре в целом. В дальнейшем применение метода резонансной СВЧ-спектроскопии позволило получить оригинальные данные для коэффициентов поглощения АВ в новых кварцеподобных материалах (лангасите и лангатае) [2, 3], тонких монокристаллических пластинах алюмоиттриевого граната (АИГ) и лазерной нанокерамике на основе АИГ [4]. Были исследованы вязкоупругие свойства тонких пленок металлов Al, Mo, W [5], углеродных нанотрубок [6]. Измерены поглощение и коэффициенты электро-механической связи в пленках ZnO и AlN [7, 8].

Работы [9, 10] посвящены исследованию с помощью НВАР пьезоэлектрических материалов. В работе [9] для обозначения интервалов между соседними антирезонансами вводится термин SPRF (Spacing of Parallel Resonance Frequency). В работе [10] приводится квазинепрерывная частотная зависимость SPRF. Из особенностей на этой кривой извлекается информация о скорости АВ в пьезоэлектрической пленке, а также о ее коэффициенте электро-механической связи. В настоящей работе из сравнения частотной зависимости SPRF с результатом одномерного моделирования делается вывод о скорости АВ в исследуемом слое, расположенном на обратной стороне подложки. Также предлагается способ для построения частотной зависимости SPRF для зашумленных данных. Далее в тексте частотная зависимость SPRF также будет обозначаться как $\Delta f_n(f)$.

Полный спектр НВАР содержит слишком много информации, чтобы ее можно было воспринимать визуально. Поэтому весьма полезными оказываются всевозможные интегральные характеристики спектра, например, SPRF. Процедура получения этой характеристики затруднена. С одной стороны, большое количество резонансов делают практически невозможным получение полного набора резонансных частот вручную.

*E-mail: alekseev@cplire.ru

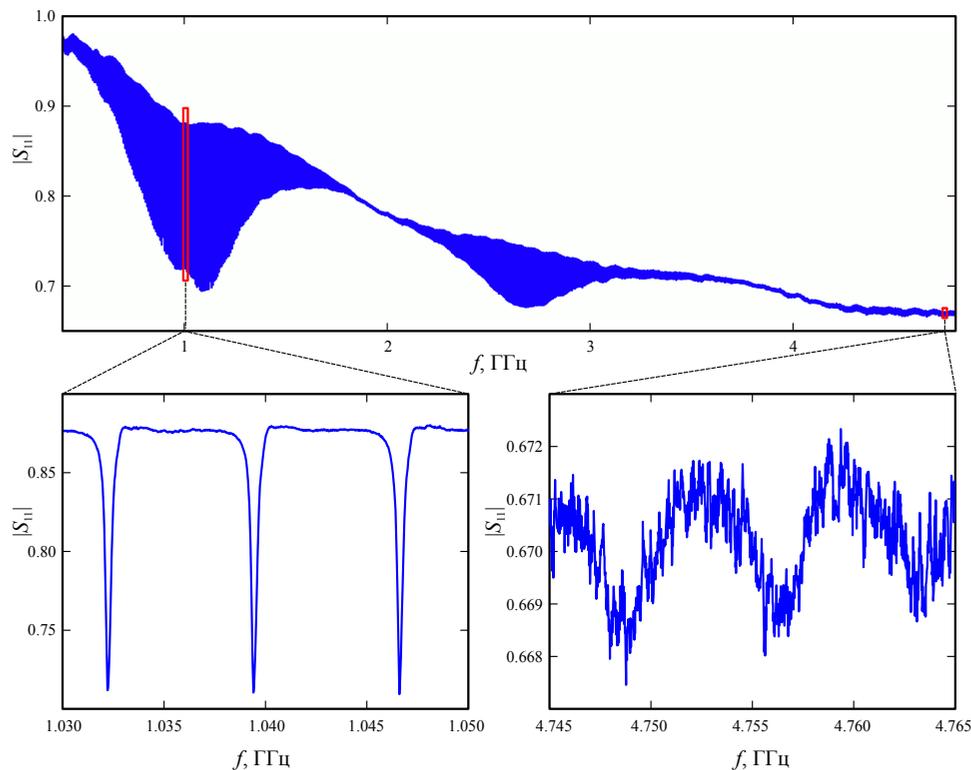


Рис. 1: Спектр НВАР

С другой стороны, автоматические методы распознавания резонансных кривых подвержены ошибкам из-за возбуждения в резонаторе неосновных мод. В качестве компромиссного решения нами разработан комплекс программ, который позволяет объединить оба подхода. В интерактивном режиме пользователь определяет параметры резонансных кривых в ключевых точках спектра, после чего программа достраивает полный набор резонансных частот, пользуясь введенными пользователем данными в качестве первого приближения.

1. ОДНОМЕРНАЯ МОДЕЛЬ НВАР

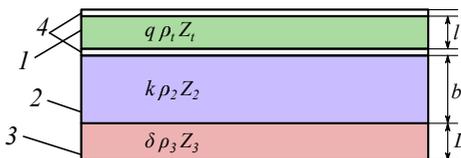


Рис. 2: Схема резонаторной структуры; 1 — пьезоэлектрик, 2 — подложка, 3 — исследуемый слой, 4 — электроды

Многомодовый резонатор НВАР состоит из подложки и нанесенной на нее пленки, как показано на рис. 2. Основной измеряемой характеристикой НВАР является входной электрический импеданс, который в одно-

мерной модели описываются выражением

$$Z_e = \frac{1}{i\omega C_0} \left[1 + \frac{K_t^2}{ql} \cdot \frac{iZ_t \sin ql - 2Z_t^2 (1 - \cos ql)}{Z_t^2 \sin ql - iZ_t \cos ql} \right]. \quad (1)$$

Здесь Z_t — материальный акустический импеданс пьезоэлектрической пленки, $C_0 = l/(i\omega \epsilon^s S)$ — статическая емкость преобразователя с толщиной l , площадью S , и диэлектрической проницаемостью ϵ^s , K_t — жесткая константа электромеханической связи, которая определяется соотношением $K_t^2 = K^2/(1+K^2)$. Учет акустической нагрузки тонких электродов не приводит к качественному изменению частотной характеристики, однако значительно усложняет формулы, поэтому в аналитических выражениях мы ими пренебрегаем, в тоже время в численном моделировании их учитываем.

Для нахождения импеданса нагрузки применяется формула для трансформации импеданса для каждого слоя нагрузки, в результате чего получаем выражение:

$$Z = iZ_2 \frac{Z_3 \operatorname{tg} \theta_3 + Z_2 \operatorname{tg} \theta_2}{Z_2 - Z_3 \operatorname{tg} \theta_3 \operatorname{tg} \theta_2},$$

которое в данном случае удобно преобразовать к виду:

$$Z = iZ_2 \operatorname{tg}(\theta_2 + \varphi). \quad (2)$$

Здесь $\varphi = \operatorname{arctg}[(Z_3/Z_2) \operatorname{tg} \theta_3]$, $Z_{2,3} = \rho_{2,3} V_{2,3}$ — материальные акустические импедансы, $\rho_{2,3}$ и $V_{2,3}$ — плот-

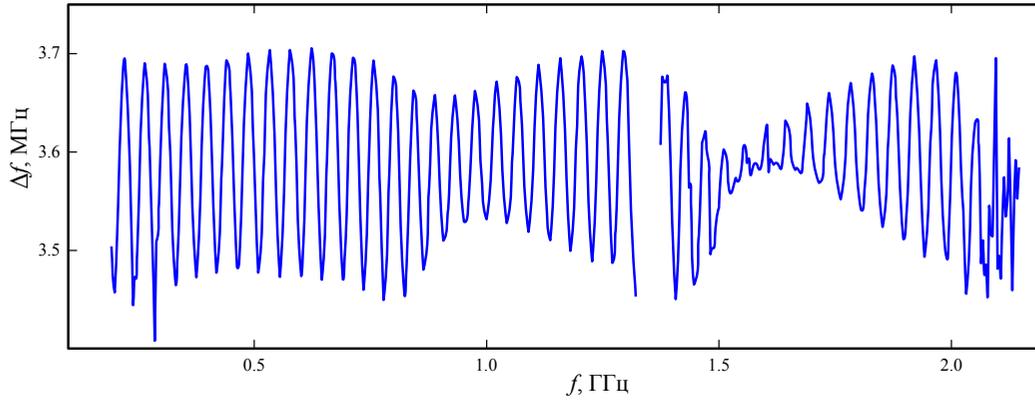


Рис. 3: Частотная зависимость SPRF для структуры ГГГ-ЖИГ

ности и скорости АВ, соответственно, $\theta_{2,3}$ — набеги фаз в подложке и исследуемом слое.

Резонансные частоты (частоты параллельного резонанса или антирезонанса) находятся из условия обращения в бесконечность импеданса (1) и записываются как

$$kb + \arctg[(Z_t/Z_2)\text{tg}(ql)] + \arctg[(Z_3/Z_2)\text{tg}(\delta L)] = \pi n. \quad (3)$$

Из соотношения (3) легко видеть, что резонансные частоты в точности эквидистантны (периодичны) только в случае, если все акустические импедансы структуры одинаковы. Величина отклонения от периодичности определяется соотношением импедансов и также носит периодический характер, задающийся набегами фаз в соответствующих слоях. Исследования спектров НВАР в широком диапазоне частот часто показывают изменение межмодового расстояния с периодом, задаваемым толщиной преобразователя, на основе чего можно исследовать свойства самого преобразователя [10]. Для наших целей представляет интерес возможность выявления других осцилляций периода резонансов, связанных с исследуемой пленкой. Эти осцилляции можно использовать для измерения скорости звука в пленках, толщина которых превышает несколько длин волн в исследуемом диапазоне частот.

Для примера оценим величину осцилляций межмодового расстояния для случая, когда толщина пленки значительно превышает толщину пьезоэлектрика ($L \gg l$). В частотной области введем три периода $T_1 = V_2/2b$, $T_2 = V_t/2l$ и $T_3 = V_3/2L$ и среднюю величину межмодового частотного интервала $T_0 = T_1/(1 + T_1/T_2 + T_1/T_3)$. Будем считать, что $T_0 \ll T_3 \ll T_2$. Обозначим величину частотного интервала между двумя соседними резонансами структуры T . Пусть диапазон частот f попадает в область первой гармоники преобразователя так, что $f \sim T_1$, т. е. на толщине преобразователя укладывается полдлины волны. Тогда межмодовое расстояние будет меняться в пределах $T_1/(1 + K_{2m}) < T < T_1/(1 + K_{2m+1})$, где $2m$ — число полуволн, укладывающихся на толщине исследуемой пленки, $K_{2m} = l\rho_t/(b\rho_2) + L\rho_3/(b\rho_2)$,

$K_{2m+1} = l\rho_t/(b\rho_2) + L\rho_3V_2^2/(b\rho_3V_3^2)$. Разница между максимальным и минимальным периодом оказывается порядка

$$\delta T \sim T_0(L/b)(\rho_2/\rho_3)[(Z_2/Z_3)^2 - 1]. \quad (4)$$

Пример таких осцилляций периода приведен на рис. 3 для структуры, состоящей из монокристаллической подложки из галлий гадолиниевого граната (ГГГ), выращенных на ней методом жидкофазной эпитаксии пленок железиттриевого граната (ЖИГ) и пьезоэлектрического преобразователя из ZnO для возбуждения поперечных ОАВ. Видно, что большой и малый периоды осцилляций Δf соответствуют условию $T = \nu/2l$ для пленки ZnO и слоя ЖИГ, соответственно, а разброс Δf по амплитуде согласуется с формулой (4).

2. ПОСТРОЕНИЕ ЧАСТОТНОЙ ЗАВИСИМОСТИ SPRF

На рис. 1 показан общий вид спектра коэффициента отражения $|S_{11}|$ для НВАР. Видно, что на высоких частотах спектр сильно зашумлен, поэтому для определения каждой резонансной частоты необходима квадратичная аппроксимация вблизи резонанса. Точность аппроксимации существенно зависит от диапазона аппроксимации (от ширины аппроксимирующей параболы). На этом шаге мы используем интерактивные возможности нашей программы, вручную выбирая частоту и диапазон для нескольких резонансов. Далее выполняется автоматическая процедура, результатом которой является зависимость частоты резонанса от его номера $f_n(n)$. Можно с высокой точностью приблизить $f_n(n)$ прямой с угловым коэффициентом Δf_{av} , который является средним значением Δf_n и, тем самым, позволяет оценить скорость АВ в подложке.

Несмотря на кажущуюся линейность зависимости $f_n(n)$, она линейной не является и слабо осциллирует вокруг среднего значения Δf_{av} . Если для получения $\Delta f_n(f)$ непосредственно вычитать из частоты последующего резонанса частоту предыдущего, далее пре-

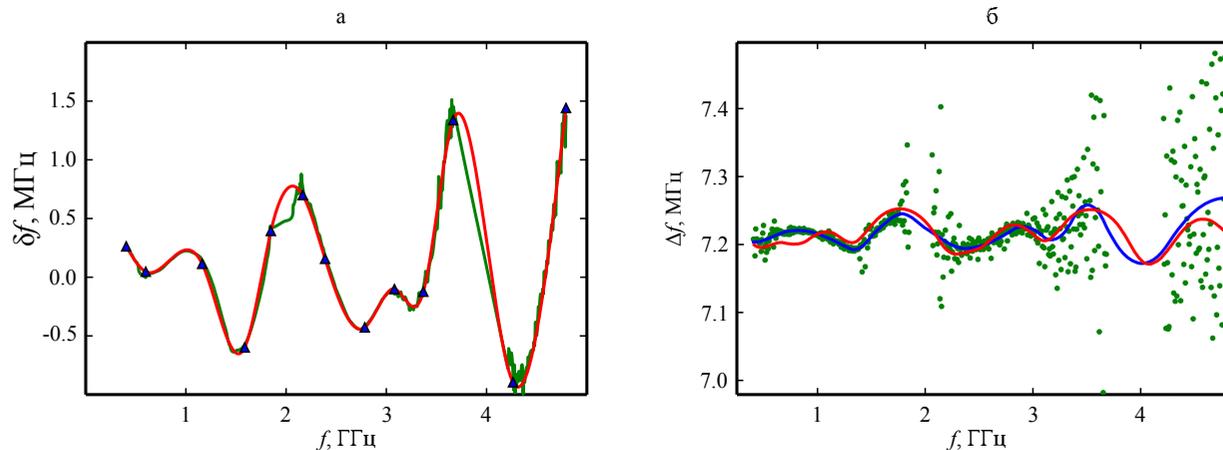


Рис. 4: Обработка спектра из рис.1: а) частотная зависимость отклонения резонанса от среднего значения, зеленая кривая — экспериментальные данные, красная — сплайн-интерполяция. б) частотная зависимость SPRF; синяя кривая — усреднение, построенное с помощью сплайн-интерполяции из (а), красная кривая — результат моделирования

вращая переменную n в f через связь $f = n\Delta f_{av}$, результат получится сильно зашумленным, особенно в области низких частот, как на рис. 4. Мы полагаем, что основной причиной этого является накопление ошибки при вычитании двух величин. В настоящей работе мы предлагаем другой способ построения $\Delta f_n(f)$. Его суть в сплайн-интерполяции зависимости $f_n(n) - n\Delta f_{av}$ (рис. 4а). Дифференцирование этого сплайна также дает $\Delta f_n(n)$, как и непосредственное вычитание, однако, будучи гладкой функцией по своему построению, сплайн не вносит ошибку при численном дифференцировании. Результат построен на рис. 4б синей кривой. Видно, что кривая хорошо аппроксимирует $\Delta f_n(f)$, полученную непосредственно. Особенно явно уменьшение ошибки проявляется для пленок микронной толщины, т. к. для них $\Delta f_n(f)$ меняется с частотой очень плавно, и разница $\Delta f_n(f)$ между двумя соседними частотами меньше ошибки измерения. Для слоев толщиной в десятки микрон эти величины уже сравнимы, поэтому можно вычислять $\Delta f_n(f)$ непосредственно, как на рис. 3.

Для примера рассмотрим процедуру экспериментального определения скорости АВ в тонких пленках CuO. Исследуемая пленка толщиной 2,5 мкм была выращена на обратной стороне HVAR на основе АИГ с преобразователем из ZnO и алюминиевыми электродами. Толщина пластины АИГ была 585 мкм, слоя ZnO — 2,2 мкм, электродов — 0,1 мкм. Наша программа содержит в себе функцию трехэталонной калибровки измерителя S-параметров во всем его рабочем диапазоне, для используемого нами Agilent 8753ES

это 30 кГц–6 ГГц. Также наша программа может записывать сканы S_{11} с переменным шагом, благодаря чему достигается компромисс между разрешением на низких частотах и размером файла. Записанный скан обработали согласно вышеописанной процедуре, получив в итоге рис. 4б. Далее производился подбор значения скорости CuO так, чтобы подстановка его в одномерную модель структуры давала характеристику $\Delta f_n(f)$ максимально приближенную к полученной экспериментально. Полученное значение составило $4,4 \times 10^5$ см/с (продольная волна).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана модификация метода акустической резонаторной спектроскопии, позволяющая получать данные о скорости звука в пленках. По сравнению с существующими методами исключается измерение резонаторной структуры без пленки. Метод имеет практическую значимость, т.к. позволяет исследовать акустические параметры слоев уже готовых слоистых структур, когда нет возможности измерения структуры без исследуемого слоя.

Предложен метод построения частотной зависимости межмодового расстояния в многомодовом акустическом резонаторе для зашумленных данных.

Работа выполнена при частичной поддержке грантами: РФФИ (№13-07-01006 а, №13-07-12416 офи-м) и Президента РФ НШ-4841.2014.9.

[1] Lakin K.M., Wang J.S. 1980 Ultrasonics Symp. P. 834. (1980).

[2] Крутов Б.Н., Мансфельд Г.Д., Фрейк А.Д. Акуст.

журн. **40**, № 4. С. 633. (1994).

[3] Алексеев С.Г., Мансфельд Г.Д., Нагирный В.П., Ползикова Н.И., Сергеев Ф.О., Чуприк А.А. Успехи современ.

- радиоэлектрон. №5. С. 82. (2010).
- [4] Алексеев С.Г., Мансфельд Г.Д., Ползикова Н.И., Котелянский И.М. Акуст. журн. **53**, №4. С. 533. (2007).
- [5] Алексеев С.Г., Котелянский И.М., Мансфельд Г.Д. Радиотехника и электроника. **46**, №12. С. 1499. (2001).
- [6] Мансфельд Г.Д., Гуляев Ю.В., Косаковская З.Я., Алексеев С.Г., Сарайкин В.В. ФТТ. **44**, №4. С. 649. (2002).
- [7] Mansfeld G.D., Alekseev S.G., Kotelyanskii I.M., Polzikova N.I. Acoust. Phys. **56**, N6. P. 904. (2010).
- [8] Мансфельд Г.Д., Алексеев С.Г., Ползикова Н.И. Способ измерения константы электромеханической связи пьезоэлектрического материала. Патент РФ на изобретение № 2421743. Оpubл. Бюл. ФИПС № 17 от 20.06.2011.
- [9] Cheeke J.D.N., Zhang Y., Wang Z., Lukacs M., Sayer M. Proc. IEEE Ultrasonics Symp. **2**, P. 1125. (1998).
- [10] Cheeke J.D.N., Zhang Y., Wang Z. IEEE Trans. Ultrasonic, Ferroelectric, and Frequency Control. **50**, N3. P. 321. (2003).

The modification method of the microwave acoustic resonator spectroscopy of thin layers and films for measurements over a wide frequency range

S.G. Alekseev^a, I.M. Kotelyanskii, N.I. Polzikova, G.D. Mansfeld

Kotel'nikov Institute of Radioengineering and Electronics Russian Academy of Sciences. Moscow 125009, Russia
E-mail: ^aalekseev@cplire.ru

The spectrum of the composite acoustic resonator (HBAR) is a multimode, and may contain several thousand resonance peaks. We have developed a set of programs that allows recording the spectrum scans with arbitrary frequency step within the whole frequency range of the network analyzer. Due to the high degree of automation of the processing of scans we obtain data on the parameters (frequency and width) of each resonance peak. Proposed method increases the accuracy of the previously known method of measuring the velocity of an acoustic wave (AW) of the material by comparing the spectra HBAR before and after developing the test layer. For the layers with the thickness of a few wavelengths the new method allows to obtain information about the velocity from only one AW spectrum.

PACS: 43.35.+d, 46.80.+j

Keywords: sound velocity, acoustic wave attenuation, acoustic resonator spectroscopy, HBAR, SPRF.

Received 16.11.2014.

Сведения об авторах

1. Алексеев Сергей Георгиевич — канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник; тел.: (495) 629-34-12, e-mail: alekseev@cplire.ru.
2. Котелянский Иосиф Моисеевич — докт. техн. наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией; тел.: (496) 565-24-63, e-mail: imk216@ire216.msk.su.
3. Ползикова Наталья Ивановна — докт. физ.-мат. наук, заведующая лабораторией; тел.: (495) 629-34-12, e-mail: polz@cplire.ru.
4. Мансфельд Георгий Дмитриевич